

Министерство образования и науки Российской Федерации
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего
профессионального образования «Уральский федеральный университет имени первого
Президента России Б.Н. Ельцина»

УКД 669.2.017, 669.245
№ госрегистрации 01200959335
Инв. № 04/2245

УТВЕРЖДАЮ

Ректор УрФУ

В.А. Кокшаров
«__» __августа__ 2011 г.

ОТЧЕТ
О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ
по Государственному контракту № 02.740.11.0160 от 25 июня 2009 г.

АВИАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ КОНСТРУКЦИЙ ПЛАНЕРОВ И ДВИГАТЕЛЕЙ 5-
ГО ПОКОЛЕНИЯ

Этап 4: Обобщение, оценка и проверка результатов проведенных исследований с целью
корректировки технологических способов упрочнения, направленных на получение
оптимальных свойств разрабатываемых авиационных материалов.

(заключительный)

Проректор по науке
д-р. техн. наук
Руководитель темы
Проректор по науке,
д-р. техн. наук

А.А. Попов

А.А. Попов

г. Екатеринбург, 2011 г.

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Проректор по науке, профессор, д-р.техн. наук.		Попов А.А. (введение, реферат, разделы 1-3, заключение)
Профессор, д-р.техн. наук		Фарбер В.М. (подраздел 1.2)
Профессор, д-р.техн. наук		Юдин Ю.В. (подраздел 1.3)
Профессор, д-р. физ-мат. наук		Пушин В.Г. (подраздел 2.1)
Профессор, д-р.техн. наук		Лобанов М.Л. (подраздел 1.4)
Профессор, д-р.техн. наук		Швейкин В.П. (подраздел 1.1)
Профессор, д-р.техн. наук		Литвинов В.С. (подраздел 1.1)
Глав. науч. сотр., канд.техн.наук		Лесников В.П. (подраздел 2.1)
Глав. науч. сотр., канд.техн.наук		Кузнецов В.П. (подраздел 3.1)
Доц., канд.техн.наук.		Гриб С.В. (раздел 2)
Доц., канд.техн.наук		Беликов С.В. (подраздел 1.1)
Доц., канд.техн.наук.		Демаков С.Л. (разделы 2-4)
Доц., канд.техн.наук.		Илларионов А.Г. (разделы 1-3)
Доц., канд.техн.наук.		Оленева.О.А. (раздел 1)
Доц., канд.техн.наук		Карабаналов.М.С. (разделы 1-2)
Доц., канд.техн.наук		Майсурадзе М.В. (подраздел 1.4)
Доц., канд.техн.наук		Корниенко О.Ю. (подраздел 1.3)
Доц., канд.хим.наук		Алексеева Т.А. (подраздел)
Стар. науч.сотр., канд.хим.наук		Россина Н.Г. (раздел 1)
Зав. лаборатории		Забурдаева Е.А. (подраздел 1.2)
Зав. лаборатории		Илларионова С.М. (подраздел 3.2)
Доц., канд. техн. наук.		Рыжков М.А. (подразделы 1.1, 2.1)
Доц., канд. техн. наук.		Юровских А.С. (раздел 2)
Стар. препод., канд. техн. наук.		Водолазский Ф.В. (раздел 1)
Инженер, канд. техн. наук.		Нарыгина И.В. (раздел 3)
Млад. науч. сотр., канд. техн. наук.		Степанов С.И. (раздел 1)
Инженер		Сергеева К.И. (подраздел 2.1)
Инженер		Елкина О.А. (подраздел 1.3)

Науч. сотр.	_____	Комоликова Е.М. (раздел 1)
Аспирант	_____	Хаджиева О.Г. (подраздел 2.2)
Аспирант	_____	Гадеев Д.В. (подраздел 3.3)
Аспирант	_____	Колосова Е.В. (подраздел 2.2)
Аспирант	_____	Каган И.В. (подраздел 1.1)
Аспирант	_____	Жиляков А.Ю. (подраздел 2.1)
Аспирант	_____	Попова М.А. (раздел 3)
Аспирант	_____	Иванова М.А. (подраздел 1.4)
Аспирант	_____	Попов Н.А. (подразделы 1.1, 2.1)
Аспирант	_____	Мусихин С.А. (подраздел 3.1)
Магистрант	_____	Сытьков М.А. (подраздел 1.3)
Магистрант	_____	Соловьев А.В. (подраздел 3.3.)
Студент	_____	Кузьмин А.А. (подраздел 1.2.2.)
Студент	_____	Буслаева Ю.Е. (подраздел 1.2.1)
Студент	_____	Белослудцева Е.С. (подраздел 1.2.2.)
Студент	_____	Пушин А.В. (подраздел 1.2.1)
Нормоконтролер.	_____	Эйсмондт Ю.Г.

РЕФЕРАТ

Отчет 206 с., 125 рис., 22 табл., 62 источников, 3 прил.

АВИАЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ, МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИЕ НИКЕЛЕВЫЕ СПЛАВЫ, ТИТАНОВЫЕ СПЛАВЫ, ОРТОРОМБИЧЕСКИЙ АЛЮМИНИД ТИТАНА, ЛОПАТКИ ГАЗОВЫХ ТУРБИН, ФОЛЬГА, СЛОИСТЫЙ КОМПОЗИТ, ФИКСИРУЮЩЕЕ СТЕРЖНЕВОЕ УСТРОЙСТВО, ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ, КОМПЛЕКСНЫЕ ГРАДИЕНТНЫЕ ПОКРЫТИЯ, СТРУКТУРА, ФАЗЫ

Объектом исследования являются перспективные авиационные материалы на основе 3-d-переходных металлов – никеля и титана, в частности жаропрочные монокристаллические никелевые сплавы с градиентными жаростойкими покрытиями для лопаток газовых турбин, псевдо-альфа сплавы титана, орторомбический алюминид титана и сплавы титана с памятью формы, а также способы их получения и обработки, обеспечивающие высокий комплекс свойств.

Цель работы - комплексная подготовка научных и научно-педагогических кадров высшей квалификации в рамках научно-образовательного центра на базе исследований в области авиационных материалов для конструкций планеров и двигателей 5-го поколения с повышенным комплексом физико-механических свойств и их адаптации для конкретных конструктивных решений.

В работе применен ряд современных методов получения и обработки исследуемых сплавов, включая монокристалльное литье, высокотемпературную газостатическую обработку и получение комплексных градиентных покрытий для жаропрочных никелевых сплавах, методы термической и термомеханической обработки для жаропрочных псевдо-альфа титановых сплавов и сплавов на основе орторомбического интерметаллидов титана, сплавов с памятью формы на основе никелида титана и двухфазного сплава ВТ16, включая интенсивную пластическую деформацию и закалку из расплава для сплавов никелида титана. В качестве исследовательских методик использовали растровую и просвечивающую электронную микроскопию, металлографический, рентгеноструктурный фазовый и микрорентгеноспектральный анализы, термический анализ, механические испытания и др.

В отчете за четвертый этап представлены следующие результаты:

- обобщение результатов предыдущих этапов работ;
- оценка полноты решения задач и эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем;
- оценка возможности создания конкурентоспособной продукции и услуг;

- данные проведенных патентных исследований по ГОСТ 15.011-96 (в отдельном томе);
- разработанные рекомендации по использованию результатов проведенных НИР;
- проект технического задания на ОКР.

Все запланированные техническим заданием и календарным планом работы на 4-й этап госконтракта (сроки январь - август 2011 года) и на тему в целом выполнены в полном объеме.

СОДЕРЖАНИЕ

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ	8
ВВЕДЕНИЕ	9
Раздел 1. Обобщение результатов предыдущих этапов работ. Оценка полноты решения задач и эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем.	16
1.1. Авиационные материалы для лопаток ГТД из монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов с жаростойкими градиентными покрытиями.	16
1.2. Сплавы с памятью формы для различных областей конструкционного и функционального назначения	44
1.2.1. Сплавы на основе никелида титана	45
1.2.2. Двухфазные сплавы титана	66
1.3. Авиационные материалы на основе жаропрочных титановых сплавов	77
1.4. Авиационные материалы на основе орторомбического алюминид титана Ti_2AlNb	107
Раздел 2. Оценка возможности создания конкурентоспособной продукции и услуг	135
2.1. Оценка возможности использования монокристалльных лопаток из сплава ЖС36ВИ с КГО [001] с жаростойкими градиентными покрытиями в качестве рабочих лопаток первой ступени на современном двигателе	135
2.2. Получение фольги из сплава на основе орторомбического интерметаллида титана термомеханическими методами	158
Раздел 3. Разработка рекомендаций по использованию результатов проведенных НИР	166
3.1. Рекомендации по использованию результатов проведенных НИР на монокристалльных лопатках из никелевых сплавов с жаростойкими градиентными покрытиями	166
3.2. Рекомендации по получению в высокопрочном состоянии полуфабрикатов (пруток, проволока) из двухфазного сплава титана	173
3.3. Рекомендации по режиму термической обработки прутковых полуфабрикатов из титанового сплава BT18У, обеспечивающего повышение жаропрочных свойств	177
4. Разработка технического задания на проведение опытно-конструкторских работ по результатам проведенных исследований	180
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	183
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ	190
Приложение А Перечень результатов интеллектуальной деятельности, полученных в	195

ходе выполнения НИР -

Приложение Б Метрологическая проработка исследовательских методик	196
Приложение В Справка о выполнении основных индикативных и программных показателей по государственному контракту №02.740.11.0160 за 1-й - 4-й этапы	199

ОБОЗНАЧЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

БЗР – быстрая закалка из расплава
ВГО – высокотемпературная газостатическая обработка
ВПТВЭ – вакуумная плазменная технология высоких энергий
ГА – газовое алитирование
ГТД - газотурбинный двигатель
ГЦП - газоциркуляционные покрытия
ДМА – динамический механический анализ
ДТА – дифференциальный термический анализ
ЖНС – жаропрочный никелевый сплав
ИПД – интенсивная пластическая деформация
ИПП – ионно-плазменные покрытия
ИПС – искровое плазменное спекание
КВД – компрессор высокого давления
КГО – кристаллографическая ориентировка
К-Д – конденсационно-диффузионное
МК – многокомпонентные конденсированные
НОЦ - научно-образовательный центр
ОЦК – объемно-центрированная кубическая
ПЭМ – просвечивающая электронная микроскопия
РКУП – равноканальное угловое прессование
РСФА – рентгеноструктурный фазовый анализ
РЭМ – растровая электронная микроскопия
СМК - субмикромристаллический
СО – смягчающий отжиг
ТВД - турбины высокого давления
ТВО – термовакуумная обработка
ТПУ – топологически-плотноупакованная
ЭПФ – эффект памяти формы
ЭОЗФ – эффект обратимого запоминания формы

ВВЕДЕНИЕ

В качестве авиационных материалов для конструкций планеров и двигателей 5-го поколения большие перспективы имеет использование интерметаллидных сплавов на основе титана и никеля, которые сочетают в себе высокие жаропрочные свойства (сплавы на основе алюминида никеля), а так же высокую удельную прочность (псевдо- α -сплавы на основе титана и его алюминидов) и специфичные функциональные характеристики как память формы (сплавы на основе никелида титана, двухфазные титановые сплавы мартенситного класса).

При конструировании современных ГТД одним из основных требований является повышение температур работы, долговечность и надежность деталей установок, работающих в условиях динамического контакта с агрессивными средами. Наиболее остро стоит вопрос долговечности турбинных лопаток, работоспособность которых в основном определяет срок службы двигателя. За свойства деталей в этом случае ответственны много параметров, начиная с выбора системы легирования сплавов и кончая режимами их обработки, которые должны обеспечить не только жаропрочность материала, но и жаростойкость поверхностей, контактирующих с агрессивными газами. В связи с этим актуальным остается использование современных технологических процессов (монокристаллическое литье, высокотемпературная газостатическая обработка, термомеханическая обработка и другие) при получении соответствующих изделий и полуфабрикатов из перспективных никелевых сплавов второго поколения, к которым относится сплав ЖС36ВИ, для изготовления монокристаллических рабочих лопаток ТВД для нового поколения двигателей.

Все более широкое распространение приобретают материалы на основе титана с интерметаллидным упрочнением, или полностью на интерметаллидной основе, в частности на основе орторомбического алюминида Ti_2AlNb (например, сплав ВТИ-4), в которых можно добиться уникального сочетания эксплуатационных свойств при использовании их в качестве основы жаропрочного композита. Но расширению производства композитов на основе алюминида Ti_2AlNb мешает его ограниченная технологическая пластичность при низких температурах. Для решения этой проблемы необходима корректировка режимов термомеханической обработки сплава при получении полуфабрикатов в виде фольги и ленты, включая ИПД, исходя из оптимизации структурного и фазового состояния на основе комплексного анализа превращений при различных видах воздействия. Кроме того, актуальной проблемой является формирование монокристаллического слоистого композита из фольги с использованием прогрессивных методов диффузионной сварки, включая метод ИПС.

Следует отметить, что перспективными технологическими способами упрочнения функциональных материалов с памятью формы является использование методов СБЗР, ИПД РКУП, НТМО для двойных и многокомпонентных сплавов на основе никелида титана, двухфазных сплавов титана мартенситного класса типа ВТ16, что открывает возможности разработки устройств на их основе с ЭПФ, включая так же в эти устройства конструктивные элементы из этих же сплавов в высокопрочном состоянии (например пружины), которые могут быть получены за счет оптимизации термической и термомеханической обработки.

Получение высоких характеристик конструктивной прочности и жаропрочности в псевдо- α -сплавы на основе титана типа ВТ18У достигается за счет оптимизации содержания легирующих элементов и режимов упрочняющей обработки, позволяющих регламентировать выделение вторых фаз, включая силициды и алюминиды.

Целью работ настоящего государственного контракта является комплексная подготовка научных и научно-педагогических кадров высшей квалификации в рамках НОЦ «Металл» на базе исследований в области авиационных материалов для конструкций планеров и двигателей 5-го поколения с повышенным комплексом физико-механических свойств и их адаптации для конкретных конструктивных решений.

Для достижения поставленной цели в проекте был проведен следующий комплекс работ (поэтапно):

- этап 1 - Выбор направлений исследований и обоснование конкретных химических составов и способов получения перспективных авиационных материалов на основе 3-d-переходных металлов.

Проведен анализ научно-технической литературы, нормативно-технической документации и других материалов, относящихся к жаропрочным и конструкционным материалам на основе титана и никеля, которые могут быть использованы для конструкций авиационных планеров и двигателей 5-го поколения

Сформулированы конкретные направления решения задач по созданию перспективных авиационных материалов на основе сплавов и интерметаллидов никеля и титана для различных областей конструкционного и функционального назначения и проведена их сравнительная оценка. Осуществлен выбор составов сплавов на основе интерметаллидов Ni_3Al (ЖС36-ВИ), Ti_2AlNb (ВТИ4), $NiTi$ (двойные и легированные гафнием и медью), а так же сплавов титана (типа ВТ18У, ВТ16), которые могут быть использованы для конструкций авиационных планеров и двигателей 5-го поколения.

Проведено обоснование принятых направлений комплексных исследований полученных материалов, которые включают аттестацию структурного, фазового состояния,

химического состава, использование термического анализа и различного вида механических испытаний.

Предложены способы решения поставленных задач с использованием современных технологических методов получения исследуемых сплавов на основе 3-d металлов (например, монокристалльное литье никелевых сплавов, СБЗР) и обработки, в частности, высокотемпературная газостатическая обработка, газотермическое напыление покрытий для жаропрочных монокристаллических никелевых сплавов, интенсивная пластическая деформация сплавов на основе никелида титана, термомеханическая обработка орторомбического алюминидов Ti_2AlNb , что позволяет расширить области использования исследуемых материалов для различных областей конструкционного и функционального (память формы) применения в авиационной технике.

Разработаны общие методики проведения исследований и основные подходы по получению высоких конструкционных и функциональных характеристик (жаропрочность, память формы) в исследуемых сплавах на основе интерметаллидов Ni_3Al , Ti_2AlNb , $NiTi$, а так же конструкционных и жаропрочных сплавов титана. Предложена методика оценки жаропрочных характеристик псевдо- α - сплавов с интерметаллидным упрочнением по параметрам несоответствия периодов решеток, измеренных рентгеноструктурным методом, для матричной (α -фазы) и выделяющейся упорядоченной α_2 - фазы.

Осуществлена выплавка планируемых для исследования авиационных материалов на основе 3-d-переходных металлов.

- этап 2. Выполнение фундаментальных экспериментальных исследований, направленных на решение поставленных задач по получению высоких конструкционных и функциональных характеристик в исследуемых авиационных материалах.

С использованием современных методов синтеза (монокристалльное литье, быстрая закалка из расплава, термомеханическая обработка, газотермическое напыление и др.) получены жаропрочные поликристаллические титановые сплавы с интерметаллидным упрочнением, монокристаллические никелевые ($\gamma'(Ni_3Al)+\gamma$) сплавы с защитными градиентными покрытиями для повышения жаростойкости, тонкомерная матрица на основе орторомбического алюминидов Ti_2AlNb в виде фольги для волокнистого композита, многокомпонентные функциональные сплавы на основе никелида титана.

Проведена комплексная аттестация структуры, фазового состояния, физико-механических свойств исследуемых перспективных авиационных материалов на основе сплавов и интерметаллидов никеля и титана для различных областей конструкционного и функционального назначения.

С использованием специализированных программных пакетов осуществлен расчет и

моделирование процесса охлаждения в различных условиях при проведении термомеханической обработки сплава на основе орторомбического алюминиды Ti_2AlNb в ходе получения фольги, проведена экспериментальная проверка модельных представлений и результатов расчета.

Проведено патентное исследование, выполненное по ГОСТ 15.011-96 в области разработки новых составов, технологий получения и обработки материалов на основе сплавов титана, монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов и используемых жаростойких покрытий, которые могут применяться в качестве авиационных материалов для конструкций планеров и двигателей.

На базе разработанных технологических схем проведена обработка исследуемых материалов с использованием современных технологических методов: - высокотемпературная газостатическая обработка (жаропрочные монокристаллические никелевые $(\gamma'(Ni_3Al)+\gamma)$ сплавы); термическая и термомеханическая обработка (жаропрочные псевдо- α -титановые сплавы с интерметаллидным упрочнением, сплав на основе орторомбического алюминиды Ti_2AlNb); интенсивная пластическая деформация (функциональные сплавы на основе никелида титана), которые способствуют получению высоких конструкционных и функциональных характеристик в исследуемых авиационных материалах

- этап 3. Выполнение экспериментальных исследований, направленных на отработку научных основ синтеза и обработки авиационных материалов с интерметаллидным упрочнением различного конструкционного и функционального назначения.

Для теоретического обоснования и корректировки технологических подходов по проведению высокотемпературной газостатической обработки (ВГО), обеспечивающей залечивание пор в монокристаллических лопатках из жаропрочных никелевых сплавов, рассмотрена модель микропоры в тонкой стенке отливки лопатки под действием внешнего давления и показано, что параметры технологического процесса ВГО (температура и давление) должны корректироваться, исходя из размеров микропор: при ВГО лопаток с мелкими микропорами сжимающие напряжения должны быть больше, чем при залечивании крупных пор.

На основании экспериментальных и расчетных данных по физико-механическим свойствам сплава ЖС36-ВИ [001] в условиях ВГО отработаны технологические параметры этого процесса и показано, что наибольший эффект залечивания пор и выравнивания химического состава сплава достигается при нагреве в однофазную γ -область до температуры $1320^{\circ}C$ и давлением в газостате 180 МПа, обеспечивающем при данной температуре эффективное залечивание микропор, которые наблюдались в сплаве после литья и гомогенизации, и выравнивание химического состава сплава, что обеспечивает значительное

повышение длительной прочности лопатки.

Предложены и успешно опробованы рекомендации по корректировке параметров и совершенствованию технологии получения ленты и фольги из сплава ВТИ4, позволяющие сократить и сделать более эффективным процесс получения тонкомерных полуфабрикатов из данного сплава.

Показано, что метод искрового плазменного спекания можно использовать для диффузионной сварки тонкомерных полуфабрикатов из орторомбического алюминид титана и алюминия. Это позволило получить макет монолитного слоистого композита ВТИ4-АІ на основе орторомбического алюминид титана, который после оптимизации режимов отжига может быть перспективен в качестве жаропрочного авиационного материала для планера нового поколения.

Рекомендован режим НТМО, включающий закалку от 850°C, холодную деформацию со степенью 16% и отпуск при 500°C в течение 3-х часов для получения прутковых и проволочных полуфабрикатов из сплава ВТ16 в высокопрочном состоянии, в частности для изготовления различных силовых пружин, как из проволоки, так и прутка. При изготовлении пружины из проволоки необходимую холодную деформацию можно получать непосредственно в ходе холодной навивки, а при изготовлении пружин из прутка за счет его сверления и токарной обработки, процессы закалки и холодной деформации должны проводиться на прутке, а старение (отпуск) на конечной пружинной заготовке.

Установлена зависимость между температурой закалки сплава ВТ16 и температурными интервалами обратного мартенситного α'' – β –превращения, что было использовано для реализации эффекта памяти формы в разработанном фиксирующем стержневом устройстве для проведения остеосинтеза.

Использование, рассмотренных выше скорректированных подходов, рекомендаций, данных по отработке технологических режимов обработки исследуемых материалов позволило изготовить в необходимом объеме качественные образцы различных полуфабрикатов – лопатки (сплав ЖС36-ВІ), ленты, фольги (сплав ВТИ4), прутка, проволоки (сплав ВТ16). Эти образцы были применены для разработки макетов лопатки газотурбинного двигателя из монокристаллического сплава ЖС36-ВІ [001], слоистого композита ВТИ4-АІ, фиксирующего стержневого устройства из сплава ВТ16.

- этап 4. Обобщение, оценка и проверка результатов проведенных исследований с целью корректировки технологических способов упрочнения, направленных на получение оптимальных свойств разрабатываемых авиационных материалов.

Проведено обобщение результатов работы, позволившее дать положительную оценку полноты решения задач и отметить высокую эффективность полученных результатов по

получению современными методами (монокристалльное литье, сверхбыстрая закалка расплава) и обработке (ВГО, ВПТВЭ, ИПД, НТМО и др.) авиационных материалов для планеров и двигателя 5-го поколения (монокристаллические лопатки из сплава ЖС36-ВИ с КГО [001] с жаростойкими градиентными покрытиями, жаропрочные сплавы на основе орторомбического алюминиды и псевдо- α -сплавов титана типа ВТ18У, сплавы с памятью формы на основе никелида титана и ВТ16) с повышенным комплексом свойств, в сравнении с современным научно-техническим уровнем.

Показано, что в качестве перспективных сплавов с памятью формы демпфирующих покрытий для турбинных лопаток двигателей нового поколения можно рассматривать опытные интерметаллидные сплавы на основе никелида титана с легирующими добавками гафния и меди $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$, $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$. полученные методом СБЗР, характеризующиеся одностадийным по схеме В2-В19' (сплав $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$) и двухстадийным по схеме В2-В19' ($Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$) характером обратимого мартенситного превращения.

Осуществлены патентные исследования по ГОСТ 15.011-96 (в отдельном томе), показавшие, что рассматриваемые в проекте объекты исследования в дальнейшем имеют широкие возможности для патентования.

Установлено, что, исходя из результатов проведенных стендовых испытаний, монокристаллические лопатки ГТД из сплава ЖС36-ВИ [001] с комплексными защитными градиентными покрытиями являются конкурентоспособным продуктом по отношению к выпускаемым в настоящее время лопаткам из сплава ЖС32-ВИ [001], который уступает ЖС36-ВИ [001] по жаропрочности и термической стабильности.

Предложенный в проекте термомеханический способ получения фольги из труднодеформируемого орторомбического алюминиды титана, как основы для создания композиционных авиационных материалов показал конкурентоспособность по отношению к используемым в настоящее время техническим решениям, благодаря более высокой технологичности.

Разработаны рекомендации: 1) по получению высокоэффективных жаростойких градиентных покрытий на монокристалльных лопатках из никелевых сплавов, обеспечивающих повышенный эксплуатационный ресурс, для авиационных ГТД нового поколения; 2) по получению методами НТМО высокопрочного состояния ($\sigma_{0,2} > 1550$ МПа, $\delta > 4$ %) в полуфабрикатах из конструкционного авиационного сплава титана ВТ16; 3) по обеспечению высокого уровня конструкционных и жаропрочных свойств, включая длительную прочность свыше 100 часов при температуре 600°C , в прутковых полуфабрикатах из титанового сплава ВТ18У с глобулярной структурой за счет регламентируемой упрочняющей термической обработки, которая перспективна при

обработке деталей из сплава ВТ18У для авиационного двигателя нового поколения (диски, лопатки) .

Разработано техническое задание на проведение опытно-конструкторских работ на тему «Разработка чертежей опытной установки для нанесения газоциркуляционных защитных покрытий (ГЦП) на жаропрочные никелевые сплавы»

Составлен и оформлен заключительный отчет.

Все запланированные техническим заданием и календарным планом работы на 4-й этап госконтракта (сроки январь - август 2011 года) и на тему в целом выполнены в полном объеме.

Раздел 1. Обобщение результатов предыдущих этапов работ. Оценка полноты решения задач и эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем.

1.1. Авиационные материалы для лопаток ГТД из монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов с жаростойкими градиентными покрытиями.

На предыдущих этапах проекта по данным видам материалов был проведен следующий комплекс работ:

- на 1-м этапе, исходя из анализа литературных данных и результатов собственных исследований, было предложено использовать в качестве перспективного материала для изготовления лопаток ТВД в новых ГТД современный жаропрочный никелевый сплав ЖС36ВИ получаемый по технологии монокристалльного литья с КГО [001] с комплексными градиентными жаростойкими покрытиями – ГЦП и ИПП. Осуществлен выбор составов покрытий, сформулированы конкретные направления решения задач по повышению эксплуатационных характеристик лопаток ГТД, разработана методика проведения исследований и основные подходы получения необходимых эксплуатационных характеристик;
- на 2-м этапе предложена технологическая схема и по ней получен жаропрочный монокристаллический никелевый сплав ЖС36ВИ с КГО [001] с рекомендованными жаростойкими градиентными покрытиями - ГЦП (CrAl) + ИПП (NiCrAlTaReY + AlNiCrY); проведены ВГО и комплексные исследования микроструктуры, фазового анализа, физико-механических свойств полученного сплава;
- на 3-м этапе осуществлена корректировка теоретических подходов и параметров проведения ВГО, выработаны рекомендации и отработаны технологические режимы, направленные на получение качественных полуфабрикатов, проведена разработка макета лопатки ГТД из сплава ЖС36-ВИ с КГО [001] с жаростойким градиентным покрытием на которой осуществлены комплексные исследования и испытания.

На заключительном этапе работы дан обобщенный анализ с привлечением новых экспериментальных результатов предыдущих исследований по стадиям следующим предложенным технологическим схемам получения и обработки лопаток ГТД нового поколения на основе жаропрочного монокристаллического никелевого сплава ЖС36ВИ с КГО [001] с жаростойкими градиентными покрытиями:

Технологическая схема получения и обработки сплава ЖС36ВИ с применением ВГО:

1. Подготовка шихтовых материалов соответствующих составу сплава ЖС36ВИ

2. Получение монокристаллических образцов и рабочих лопаток ТВД с КГО [001] в промышленных условиях на установке типа УВНК-8П без жидкометаллического охладителя со скоростью кристаллизации 3 мм/мин. Кристаллографическую ориентацию задавали затравками из Ni - W-сплава. Допустимое отклонение ростовой структуры от кристаллографической ориентации [001] не превышало 8°.

3. Термическая обработка в вакууме сплава, включающая:

- гомогенизационный отжиг при $1310 \pm 10^\circ\text{C}$ с выдержкой в течение 4 ч;
- закалку с температур отжига со скоростью охлаждения не ниже $100^\circ\text{C}/\text{мин}$;
- двухступенчатое старение: температура 1-ступени - $1030 \pm 10^\circ\text{C}$, температура 2-й ступени - $870 \pm 10^\circ\text{C}$, охлаждение после старения на воздухе.

4. Механическая обработка профиля пера лопатки с перфорационными отверстиями

5. Подготовка шихтовых материалов CrAl – покрытия;

6. Нанесение на внутреннюю и наружную поверхности лопаток защитного CrAl покрытия газовым циркуляционным методом перед проведением ВГО

7. Диффузионный отжиг защитного покрытия в вакууме при $T = 1000^\circ\text{C}$, $\tau = 4$ часа

8. Высокотемпературная газостатическая обработка (ВГО) образцов и лопаток в газостате «Quintus-40» фирмы ASEA (Швеция) по различным режимам:

9. Диффузионный отжиг в вакууме $T = 1050^\circ\text{C}$, $\tau = 2-4$ часа.

Технологическая схема нанесения градиентного защитного покрытия на монокристаллический никелевый сплав ЖС36ВИ включала следующие операции:

1. Подготовка шихтовых материалов системы Cr-Al для ГЦП - покрытия;

2. Нанесение CrAl-покрытия на внутреннюю и наружную поверхность лопатки газоциркуляционным методом ,

3. Подготовка шихтовых материалов системы Ni-Cr-Al-Ta-Re-Y для нанесения первого слоя ИПП-покрытия

4. Нанесение Ni-Cr-Al-Ta-Re-Y – покрытия, являющегося внутренним слоем двухслойного ИПП-покрытия, методом ВПТВЭ на установке МАП-1М,.

5. Подготовка шихтовых материалов системы Al-Ni-Cr-Y для нанесения второго слоя ИПП-покрытия.

6. Нанесение Al-Ni-Cr-Y – покрытия, являющегося внешним слоем двухслойного ИПП-покрытия, методом ВПТВЭ на установке МАП-1М.

7. Высокотемпературные отжики при $1100-1250^\circ\text{C}$ с временами выдержки от 50 до 1000 часов.

Как видно из приведенной выше схемы на первой стадии этой были получены

монокристаллические образцы и макеты рабочих лопаток ТВД из сплава ЖС36ВИ с КГО [001] в промышленных условиях на установке типа УВНК-8П без жидкометаллического охладителя со скоростью кристаллизации 3 мм/мин.

Выбор кристаллографической ориентации [001] связан с тем, что, несмотря на преимущества в прочностных характеристиках, которые имеют монокристаллы с КГО [111] по сравнению с монокристаллами с КГО [001] (таблица 1.1.) в промышленности предпочтение отдается технологии литья монокристалльных лопаток с КГО [001] [1]. Такая ориентация монокристалла дает низкий модуль упругости на уровне 142 ГПа при комнатной температуре (в два раза ниже чем у монокристалла с КГО [111]), который снижается при нагреве (рисунок 1.1).

Таблица 1.1 Анизотропия длительной прочности монокристаллов сплавов ЖС36 [1]

Сплав	Ориентация	Характеристики γ' - фазы		Предел длительной прочности при 1000°C за 100ч (σ^{1000}), МПа
		Размер, мкм	Характер расположения	
ЖС36	[001]	0.35	Упорядочена	255
	[111]			280
	[001]	0.2	Неупорядочена	240
	[111]			310

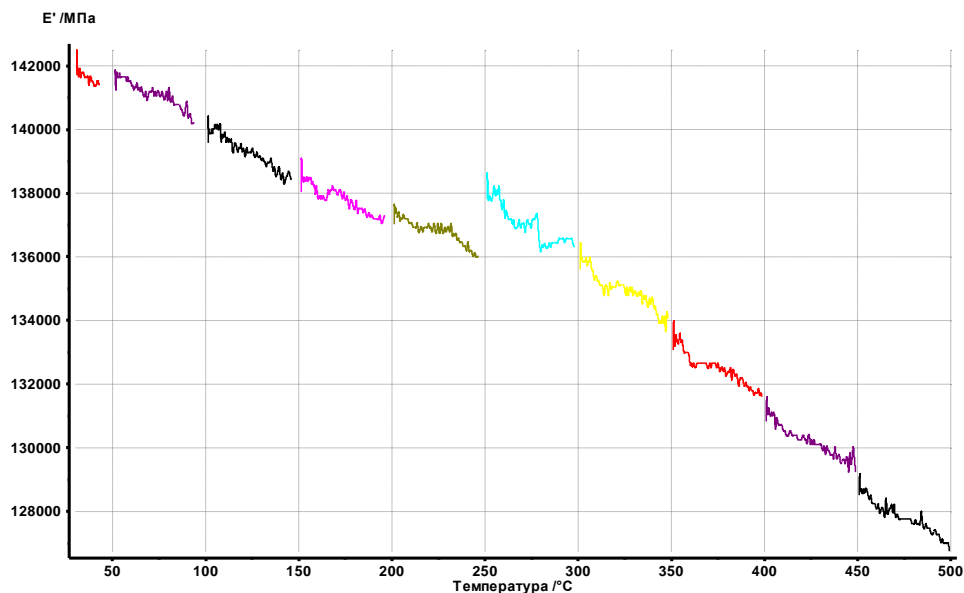


Рисунок 1.1. Изменение модуля упругости с температурой нагрева в сплаве ЖС36ВИ с КГО [001], полученное методом ДМА

Невысокий уровень модуля упругости у лопаток с КГО [001] позволяет значительно снизить величину термических напряжений на лопатке, а также получить значительно большую термостойкость в продуктах сгорания топлива.

На рисунке 1.2 показана структура сплава ЖС36-ВИ в литом состоянии.

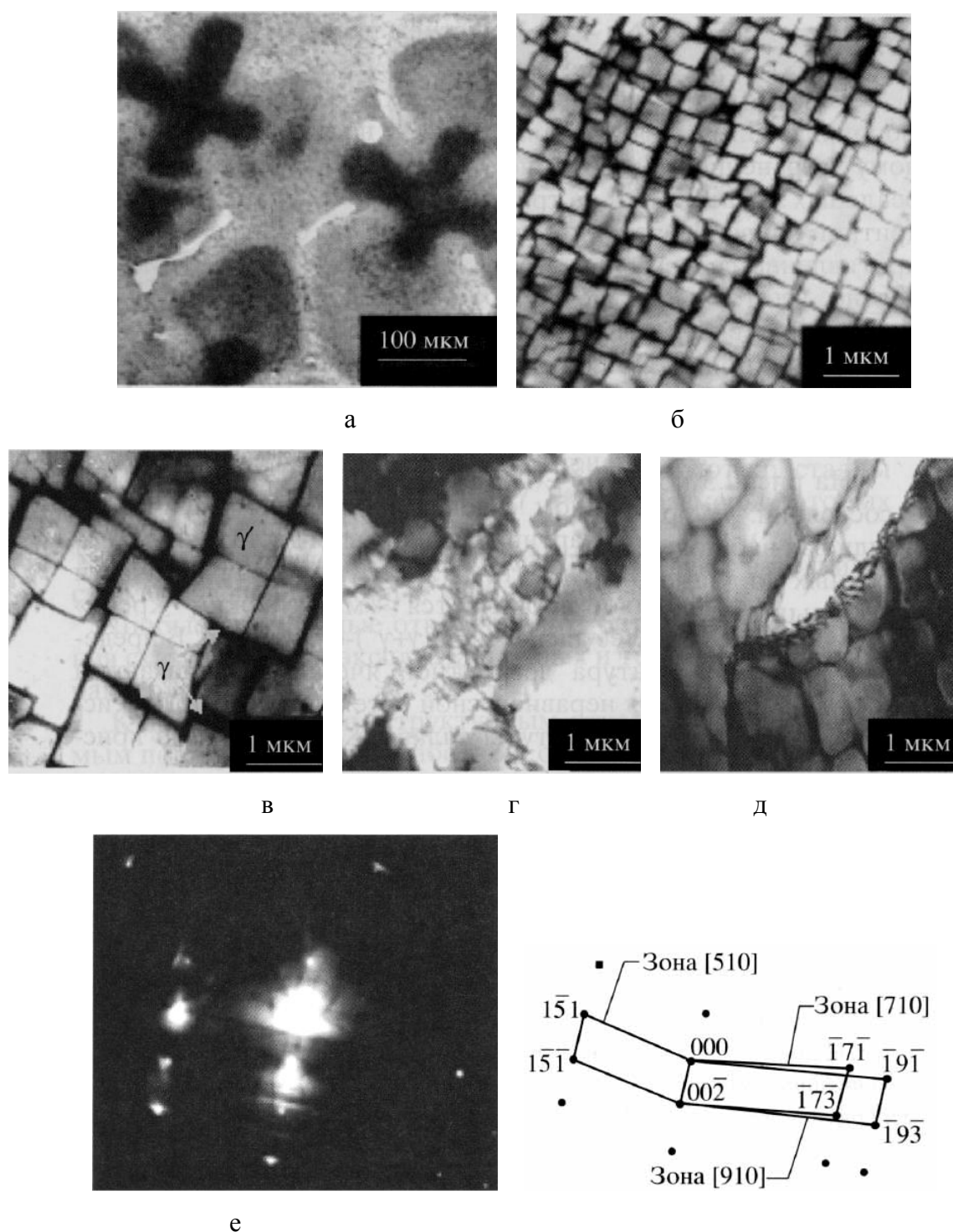


Рисунок 1.2 Структура сплава ЖС36-ВИ [001] после кристаллизации: а – микроструктура сплава ЖС36-ВИ в поперечном сечении; б, в, г, д – $(\gamma+\gamma')$ -структура: б – центр дендрита, в – периферия дендрита, г – межзональное пространство, д – граница ячеек; е – микродифракция с участка «д» и схема ее расшифровки

В поперечном сечении на металлографических шлифах наблюдается картина равноосных и достаточно однородных по диаметру дендритных ячеек, в центральной части которых отчетливо проявляется «мальтийский крест» (рисунок 1.2а), с наиболее дисперсной

($\gamma+\gamma'$)-структурой. В пределах внешнего контура дендритной ячейки располагаются крупные выделения неравновесной эвтектики ($\gamma+\gamma'$). При исследовании тонкой структуры сплава ЖС36-ВИ после кристаллизации была получена информация о том, что γ' -фаза имеет разную морфологию в осях дендритов и в межосном пространстве. С удалением от центральной (осевой) линии дисперсная ($\gamma+\gamma'$)-структура (рисунок 1.2б) сменяется крупной ($\gamma+\gamma'$)-структурой (рисунок 1.2 в). В междоосном пространстве обнаружены крупные глобулы эвтектических ($\gamma+\gamma'$)-выделений (рисунок 1.2 г) и субграницы с малой разориентировкой (менее 3°), что подтверждается полученной микродифракционной картиной (рисунок 1.2 д, е). Каких-либо «посторонних» фаз не выявлено. Размерная и морфологическая неоднородность частиц γ' -фазы, наличие эвтектики ($\gamma+\gamma'$) являются следствием дендритной ликвации в процессе кристаллизации монокристаллического сплава ЖС36-ВИ.

На второй стадии получения и обработки лопатки ГТД из сплава ЖС36-ВИ [001] с целью борьбы с дендритной ликвацией и подготовки структуры сплава к последующим обработкам была проведена термическая обработка в вакууме (ТВО) сплава, включающая:

- гомогенизационный отжиг при $1310\pm 10^\circ\text{C}$ с выдержкой в течение 4 ч;
- закалку с температур отжига со скоростью охлаждения не ниже $100^\circ\text{C}/\text{мин}$;
- двухступенчатое старение: температура 1-ступени - $1030 \pm 10^\circ\text{C}$, температура 2-й ступени - $870\pm 10^\circ\text{C}$, охлаждение после старения на воздухе.

Рекомендуемая температура гомогенизационного отжига была выбрана в соответствии с имеющимися рекомендациями в литературе [2] - температура гомогенизации ЖНС должна находится в области полного растворения γ' -фазы. В нашем случае наиболее оптимальная структура после гомогенизации формируется при температуре отжига 1310°C (рисунки 1.3, 1.4). В процессе гомогенизации важна не только температура, но и длительность выдержки при этой температуре. В случае получения лопаток в низкоградиентных промышленных установках время выдержки составляет 2–4 ч. После гомогенизации монокристалльные ЖНС подвергают охлаждению со скоростью не ниже $100^\circ\text{C}/\text{мин}$ для предотвращения коагуляции выделяющихся частиц γ' -фазы. В отличие от ЖНС традиционной системы легирования для ренийсодержащего сплава ЖС36ВИ при проведении охлаждения после гомогенизации не возникает серьезных проблем, связанных с укрупнением частиц γ' -фазы. Это обусловлено пониженной диффузионной подвижностью атомов в легированном рением γ -растворе. После закалки ЖНС подвергается старению, первое старение при температуре $1030 \pm 10^\circ\text{C}$ в течение 4 - 10 ч, способствует укрупнению частиц γ' -фазы, которые образуют псевдорегулярное пространственное расположение в γ -матрице в виде кубической макрорешетки. Второе низкотемпературное старение при 870°C в течение 20 - 48 ч обеспечивает формирование более совершенной (кубоидной) формы частиц γ' -фазы.

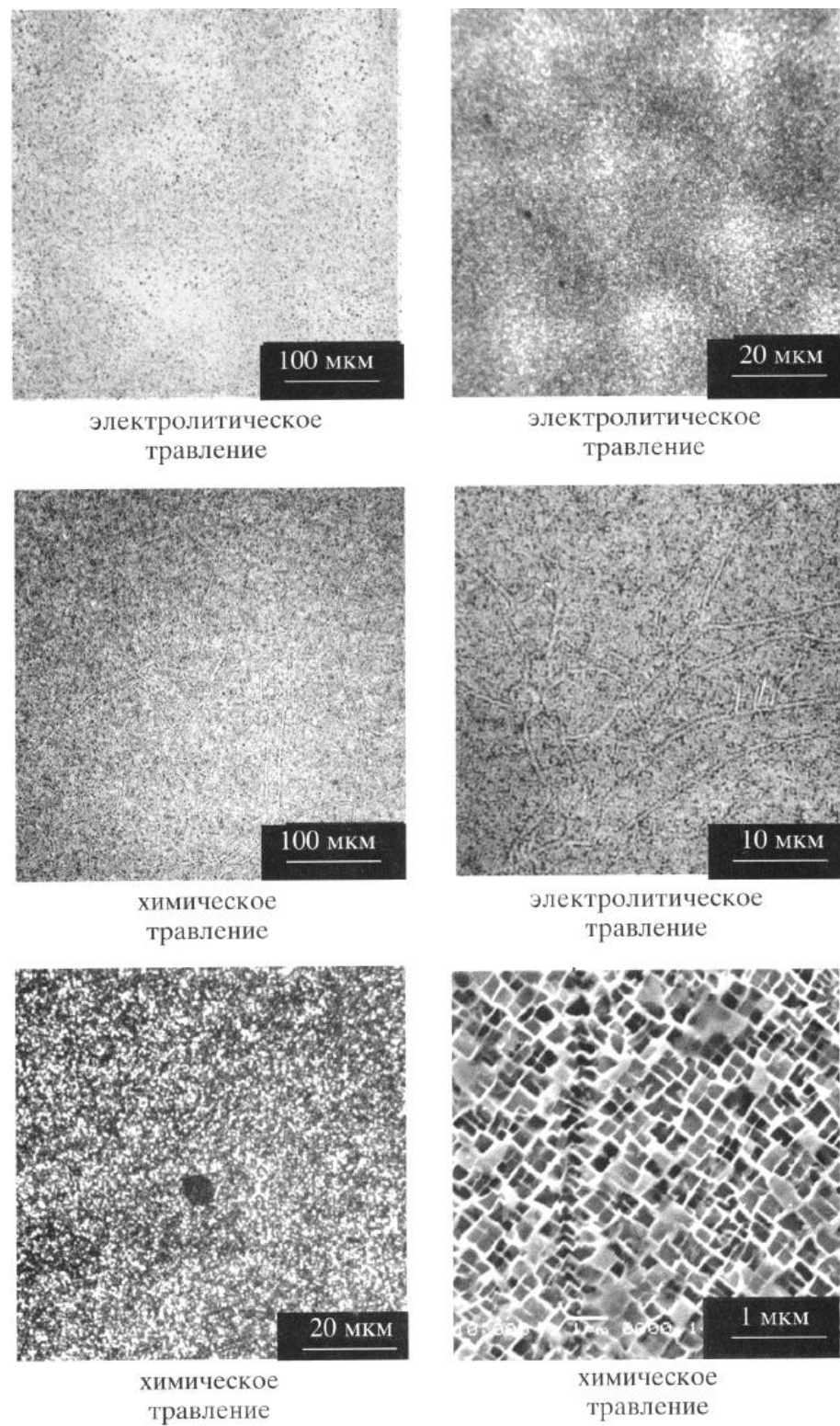


Рисунок 1.3 Структура сплава ЖС36-ВИ после гомогенизационного отжига
 $T = 1310 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10 \text{ }^{\circ}\text{C}$, $\tau = 4 \text{ ч}$

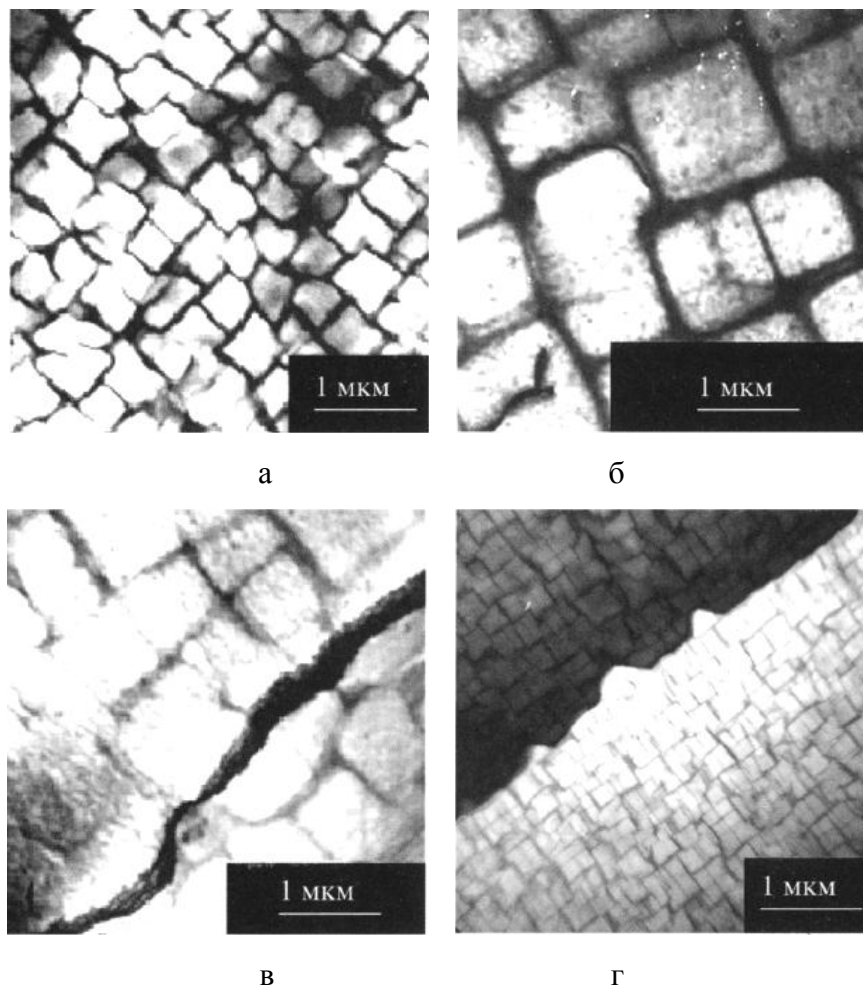


Рисунок 1.4 Тонкая структура сплава ЖС36-ВИ после термообработки

Видно, что в результате такой обработки получена однородная, дисперсная ($\gamma + \gamma'$)-структура с высокой объемной долей упрочняющей γ' -фазы (75 %) размером 0,3...0,4 мкм, в междоузльных участках размер γ' -фазы несколько крупнее, а отдельные частицы достигают размеров ~ 1 мкм. Частицы γ' -фазы имеют характерную кубоидную форму. Каких-либо выделений (карбидов или ТПУ-фаз) обнаружено не было. Электронографический и микродифракционный анализ показывают, что частицы γ' -фазы выстроены в направлениях типа $[100]_\gamma$ монокристалла. Данные результаты [3] совпадают с выводами работы [4], где подчеркивается, что выбранный режим термической обработки сплава ЖС36-ВИ и уровень его легированности обеспечивают получение максимального количества объемной доли (75 %) упрочняющей γ' -фазы в матричном γ -растворе.

Термообработка данного сплава направлена не только на растворение упрочняющей γ' -фазы, но и на полное растворение крупных глобул ее эвтектических образований ($\gamma + \gamma'$), а также максимальное уменьшение дендритной ликвационной неоднородности сплава.

Для данного высоколегированного сплава ЖС36-ВИ при кристаллизации с невысоким термическим градиентом в зоне кристаллизации характерна повышенная ликвация легирующих элементов. Микрорентгеноспектральным анализом установлено, что после проведения термообработки не происходит полного устранения ликвационной неоднородности сплава (таблица 1.2).

Таблица 1.2 Содержание элементов в различных точках дендритной ячейки сплава ЖС36-ВИ

Место анализа	Содержание элементов, % (по массе)					
	Al	W	Re	Cr	Co	Ti
Содержание в осях дендритной ячейки, $C_{o,д}$	6,14	12,48	2,49	3,51	8,81	0,55
Содержание в межосном пространстве, $C_{м,п}$	8,43	6,80	0,44	1,51	7,06	1,00
Коэффициент ликвации элемента, $K_{л} = C_{o,д} / C_{м,п}$	0,77	1,78	2,33	2,05	1,30	0,54
Содержание в крупных глобулах эвтектических образований, $C_{эвт.обр}$	8,03	7,56	0,46	1,48	7,27	1,10
Коэффициент распределения, $K_p = C_{o,д} / C_{эвт.обр}$	0,81	1,56	5,41	2,05	1,26	0,50

Требуется несколько десятков часов высокотемпературного отжига, чтобы выровнять концентрацию W и Re в осях и межосных пространствах, что нереально осуществить в промышленных условиях. Следует отметить, что при температуре гомогенизации 1310 ± 10 °C при полном растворении неравновесной эвтектики ($\gamma + \gamma'$) наблюдается образование микропор в сплаве, а при увеличении продолжительности выдержки происходит рост их среднего размера и увеличение объемной доли: объемная доля микропор возрастает с 0,3 до 0,85 %, а диаметр пор увеличивается с 20...25 мкм до ~50 мкм после проведения стандартной термообработки.

Из сравнения коэффициентов $K_{л}$ и K_p видно, что для таких элементов как Al, Cr, Co, Ti, W эти величины приблизительно равны, и только для Re имеется существенное различие. Следовательно, при формировании неравновесной эвтектики γ -твердый раствор в ее составе обеднен Re по сравнению с осями дендритов. Это логично, так как оси формируются в

первую очередь, и тугоплавкие элементы их обогащают, а неравновесная эвтектика образуется на заключительном этапе кристаллизации сплава.

Таким образом, после проведения полной ТВО создается равномерно упорядоченная структура кубических частиц γ' -фазы оптимального размера 0,35...0,45 мкм, которая оказывает максимальное сопротивление ползучести сплавов ЖС32-ВИ и ЖС36-ВИ при высоких температурах. Результаты экспериментальных исследований фазового состава сплава ЖС36-ВИ и коэффициенты распределения соответствующих легирующих элементов между γ - и γ' -фазами приведены в таблицах 1.3, 1.4 [5, 6].

Таблица 1.3 Количественный фазовый состав и соответствующий фазам химический состав в сплаве ЖС-36ВИ после ТВО

Сплав	Фаза	Количество фазы, % (по массе)	Химический состав фаз, % (по массе)									
			Ni	Co	Cr	Al	Ti	Nb	Ta	Mo	W	Re
ЖС36-ВИ	γ'	68,6	66,7	6,9	2,0	8,0	1,8	1,4	-	1,0	12,0	0,45
	γ	31,4	60,8	13,8	7,3	1,0	0,1	0,4	-	1,1	10,4	5,1

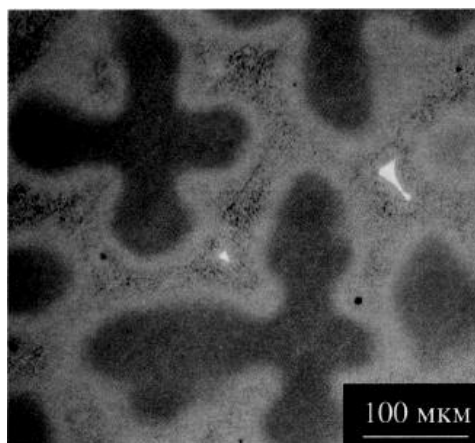
Таблица 1.4. - Коэффициенты распределения легирующих элементов (K_i) между γ' – γ - фазами

Сплав	K_i для элементов								
	Co	Cr	Al	Ti	Nb	Ta	Mo	W	Re
ЖС36-ВИ	0,45	0,25	7,5	17,1	3,0	-	0,4	1,0	0,08

Представленные данные [5,6] показывают, что рений в основном входит в состав γ -твердого раствора. Он имеет самый низкий коэффициент распределения, что определяется его незначительной растворимостью (~1 % атом.) в γ' -фазе Ni_3Al и свидетельствует о высокой эффективности рения как основного упрочнителя твердого раствора ЖНС. Вольфрам равномерно распределяется между γ' - и γ -фазами, а тантал преимущественно легирует γ' -фазу.

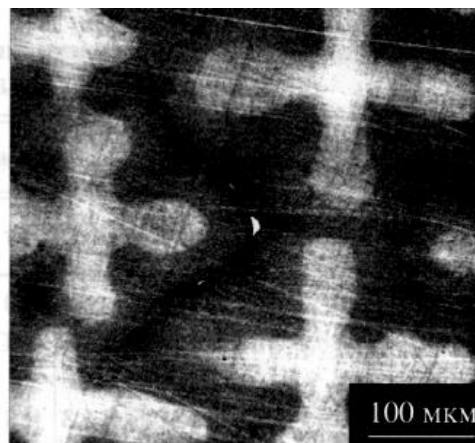
На рисунках 1.5 и 1.6 представлено влияние недогрева ($T = 1280^\circ C$, охлаждение на воздухе) и перегрева ($T = 1330^\circ C$, $1350^\circ C$ охлаждение на воздухе) на структуру сплава ЖС36-ВИ в сравнении с термообработкой при $1310^\circ C$ (рисунок 1.3).

а

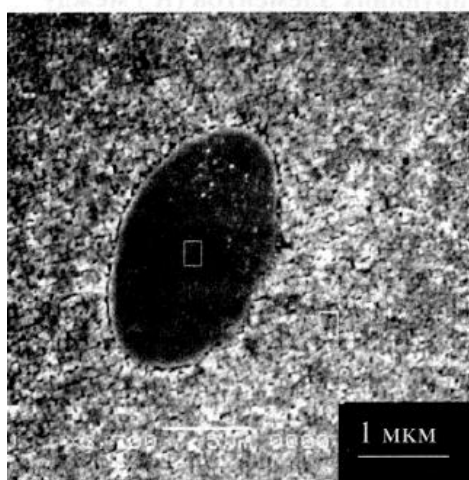


электролитическое
травление

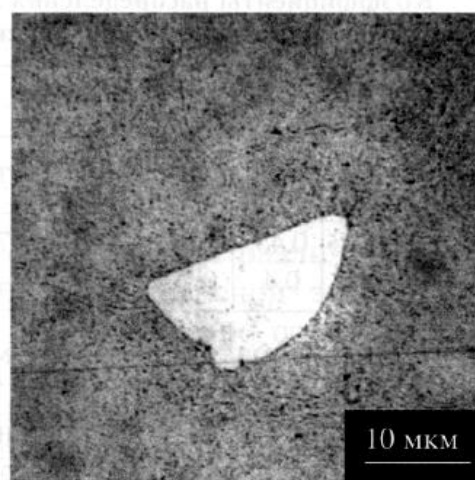
б



химическое
травление



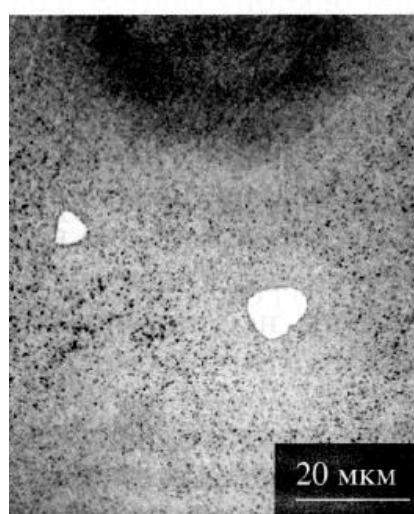
химическое
травление



химическое
травление

в

г



химическое
травление

д

Рисунок 1.5. Структура сплава ЖС36-ВИ после нагрева на $T = 1280\text{ C}$

Термообработка сплава ЖС36-ВИ, как говорилось выше, направлена на растворение упрочняющей γ' -фазы и полное растворение крупных глобул ее эвтектических выделений $(\gamma+\gamma')_{\text{эвт}}$, а также максимальное уменьшение дендритной ликвационной неоднородности сплава. При недогреве сплава ЖС36-ВИ не происходит выравнивания химического состава (рисунок 1.5 а,б) и полного растворения $(\gamma+\gamma')_{\text{эвт}}$ глобул (рисунок 1.5 в,г). При перегреве также полностью не устраняется ликвационная неоднородность в сплаве (рисунок 1.6 а-в), но при этом еще происходит оплавление $(\gamma+\gamma')$ (рисунок 1.6д).

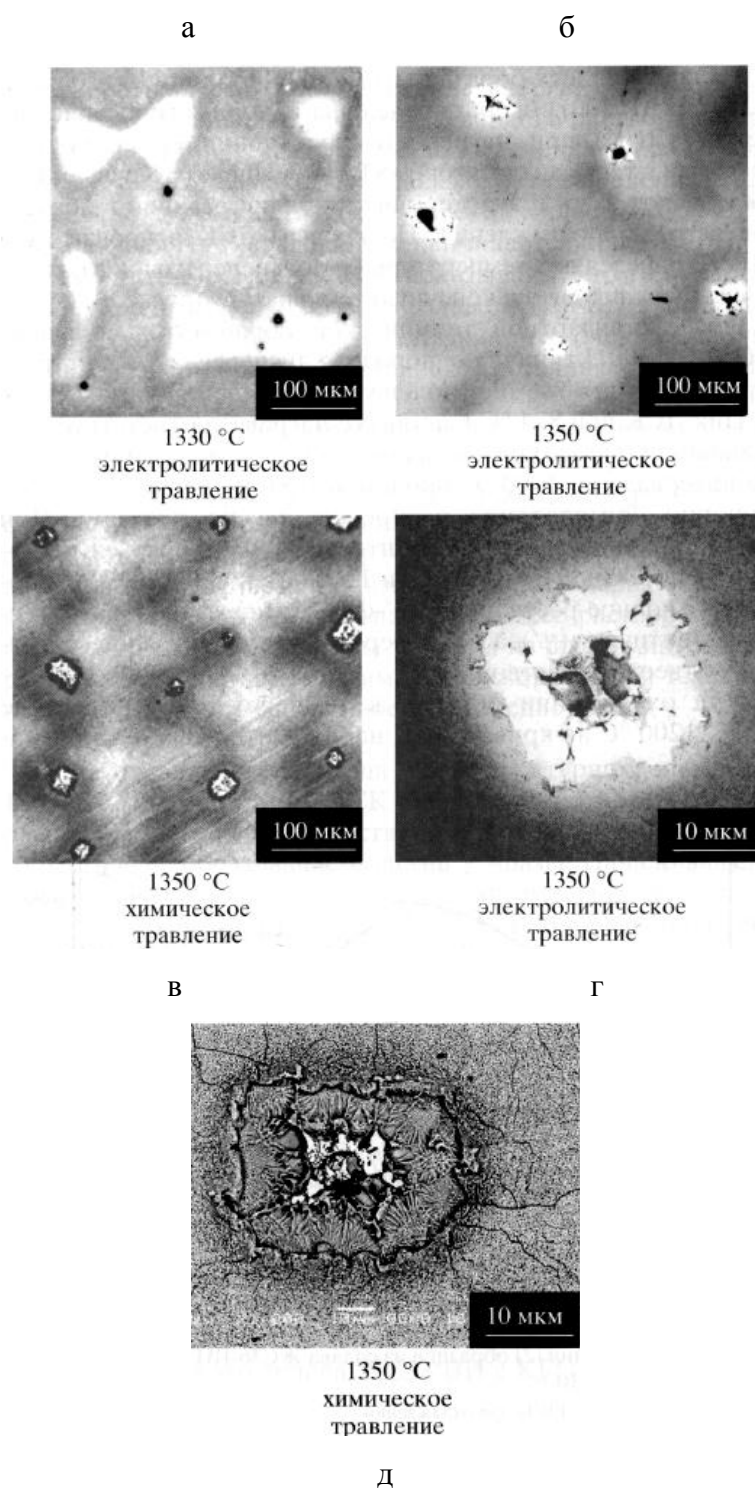


Рисунок 1.6. Структура сплава ЖС36-ВИ после нагрева на $T = 1330...1350$ °C

Таким образом наиболее благоприятную структуру сплав ЖС36-ВИ имеет после проведения гомогенизационной обработки при 1310°С, хоть и не происходит окончательного выравнивания химического состава и наблюдаются субграницы.

Так как данный сплав предназначен для рабочих высоконагруженных лопаток ТВД, работающих длительное время при температурах до 1100°С и кратковременно – с забросом до 1150°С [7-9], то был проведен анализ влияния температуры нагрева на механические свойства монокристаллического сплава после ТВО (рисунок 1.7).

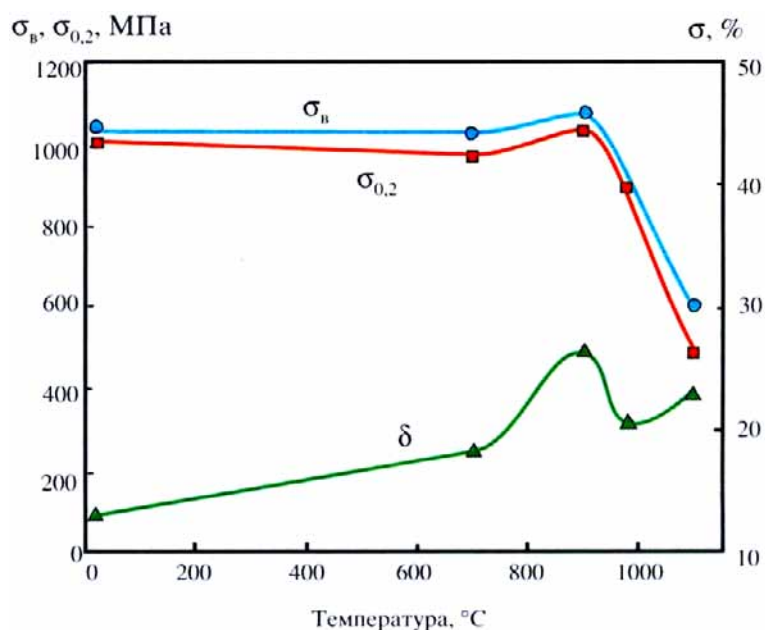


Рисунок 1.7 Кратковременные механические свойства монокристаллов сплава ЖС36-ВИ [001] в зависимости от температуры испытаний (средние значения)

Анализ полученных зависимостей показал, что до $T = 750^\circ\text{C}$ происходит незначительное снижение прочностных свойств и увеличение пластичности. В интервале температур 750...900 °С наблюдается аномалия механических свойств, заключающаяся в том, что предел текучести и предел прочности не падают, как обычно, с ростом температуры, а повышаются вплоть до 900 °С. Эта аномальная зависимость определяется дислокационным механизмом пластической деформации интерметаллида Ni_3Al (γ' -фазы), отличающимся при повышенных температурах от механизма деформации неупорядоченного твердого раствора на основе никеля γ -фазы [10]. Наличие заблокированных сверхдислокаций в области аномального хода $\sigma_b(T)$ и $\sigma_{0,2}(T)$ и смена октаэдрического скольжения кубическим при переходе через температуру пика сопровождают немонотонный ход деформационных характеристик. Дальнейшее разупрочнение сплава с повышением температуры связано с растворением γ' -фазы.

Структура сплава в деформированной зоне образцов представлена на рисунке 1.8. Плоские заготовки для тонких фольг вырезались перпендикулярно продольной оси образцов с КГО [001].

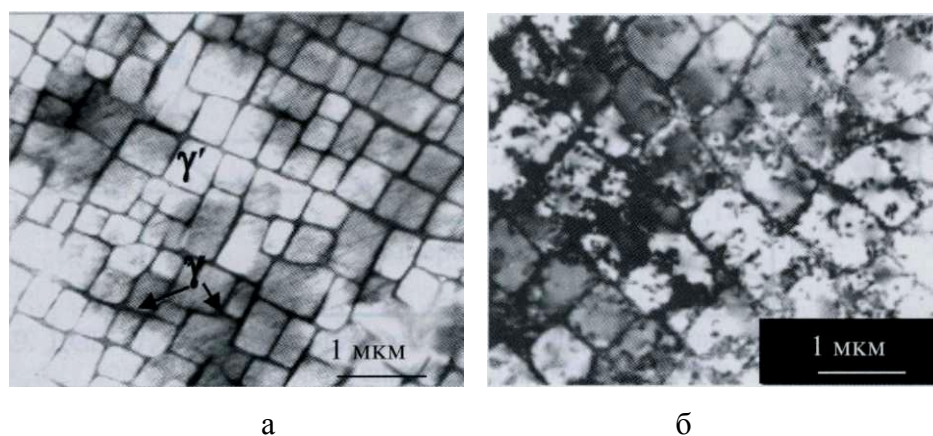


Рисунок 1.8. Структура сплава ЖС36-ВИ [001] после деформации при 20°С (а) и 700°С (б)

В ходе проведенного исследования не выявлено принципиальных различий основной ($\gamma+\gamma'$)-структурной составляющей сплава, деформированного при температурах 20 °С и 700 °С, для которой характерны:

- сохранение в большей части объема сплава достаточно правильной кубоидной формы частиц γ' -фазы (рисунок 1.8 а);
- локализация деформационных процессов преимущественно в тонких прослойках γ -фазы, тогда как плотность дефектов в γ' -частицах относительно невелика (рисунок 1.8.б).

Для зон активной пластической деформации образцов ЖС36-ВИ при 1000 °С типичным является преобладание сдвиговых процессов в одной из ориентации γ -прослоек и «выстраивание» этих прослоек в относительно протяженные (по сравнению с размером частиц γ' -фазы) непрерывные линии, в то время как протяженность второй из имеющихся на электронно-микроскопических изображениях ориентации γ -прослоек сохраняет связь с индивидуальными γ' -частицами и, по-видимому, в ходе пластической деформации они имеют тенденцию к разрушению (рисунок 1.9 а,б), т.е. происходит образование рафт-структуры при высокотемпературной деформации. Наблюдается дислокационное скольжение в частицах упрочняющей γ' -фазы и происходит смена механизма скольжения (рисунок 1.9 в,г).

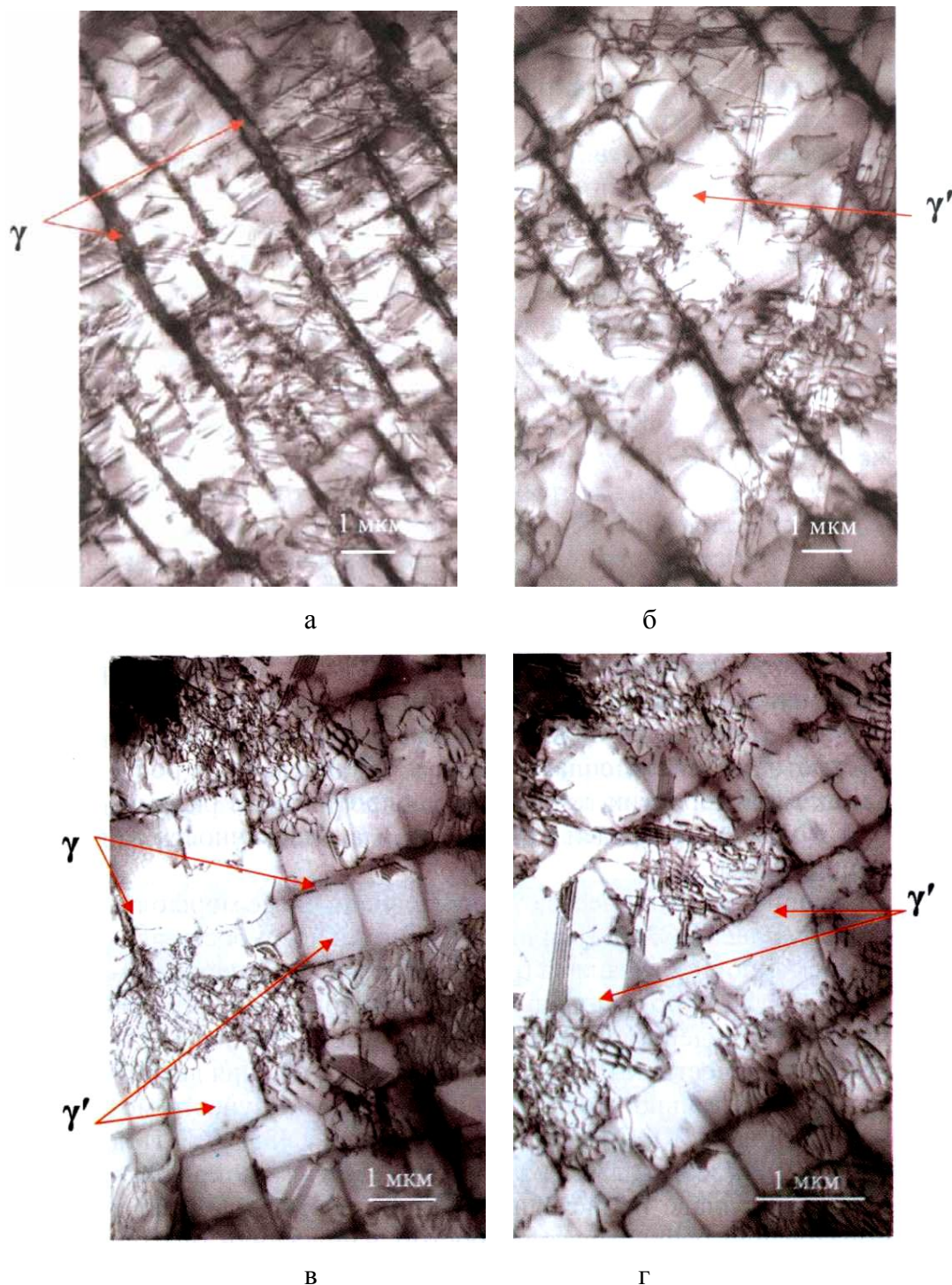


Рисунок 1.9. Структура сплава ЖС36-ВИ [001] после деформации при 1000 °С: а,б - продольное сечение; в,г - поперечное сечение

Наблюдавшиеся электроннограммы, полученные при изучении КГО сплава ЖС36-ВИ в рабочих зонах исследованных образцов после растяжения, всегда содержали рефлексы зоны [001] и близких к ней зон, что свидетельствует об отсутствии существенных отклонений исходной ориентации продольной оси изученных образцов от направления [001].

Рассмотрено влияние размера γ' -фазы на свойства монокристаллического сплава ЖС36-ВИ при $T = 20$ °С (рисунок 1.10).

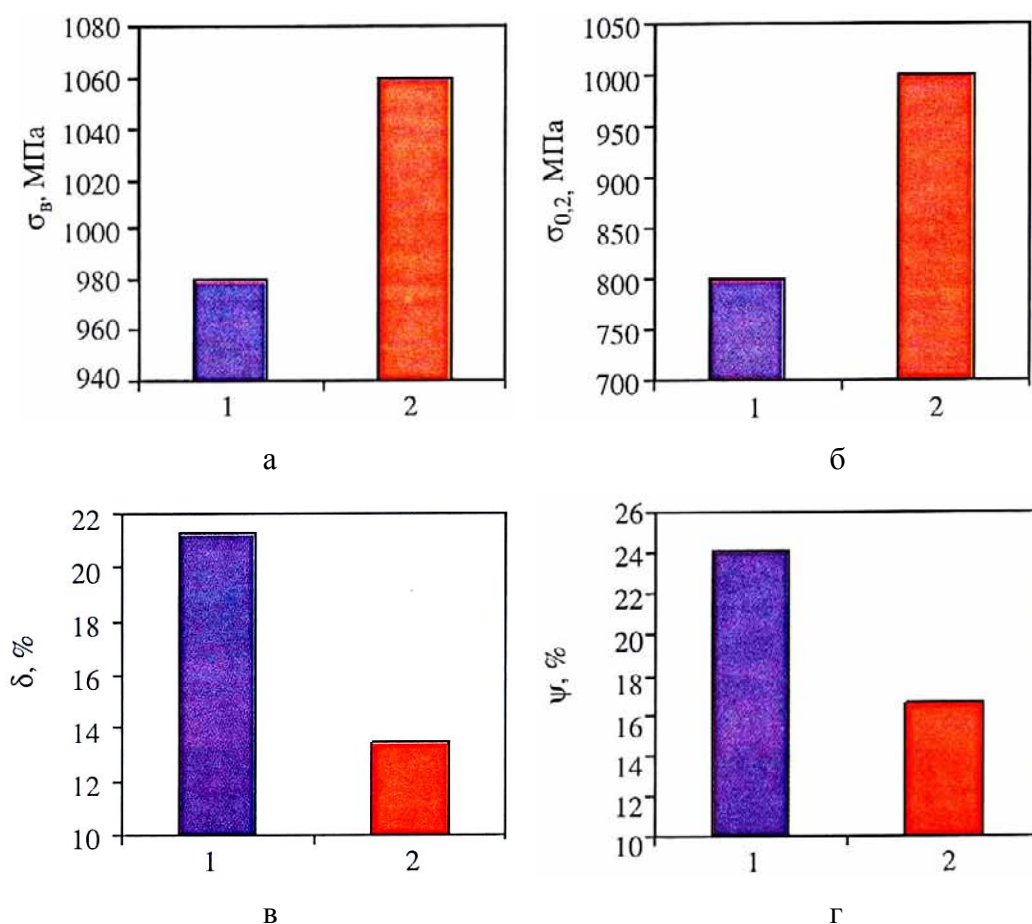


Рисунок 1.10. Влияние размера частиц γ' -фазы на механические свойства при $T = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (средние значения): 1 – размер γ' -фазы $\sim 1\text{ }\mu\text{m}$; 2 – размер γ' -фазы $\sim 0,35\text{ }\mu\text{m}$

Полученные диаграммы свидетельствуют о том, что уменьшение размера упрочняющей γ' -фазы, регулируемой термической обработкой сплава, привело к значительному росту таких характеристик, как временное сопротивление разрыву (σ_B) и условный предел текучести ($\sigma_{0.2}$) (рисунок 1.10 а,б), а пластичность (δ , ψ) уменьшилась (рисунок 1.10 в,г).

Увеличение количества γ' -фазы и улучшение ее морфологии в сплаве ЖС36-ВИ привели к значительному росту длительной прочности сплава (рисунок 1.11). По мере увеличения размера частиц упрочняющей γ' -фазы происходит смена механизма взаимодействия дислокаций с γ' -фазой, при этом скорость ползучести возрастает.

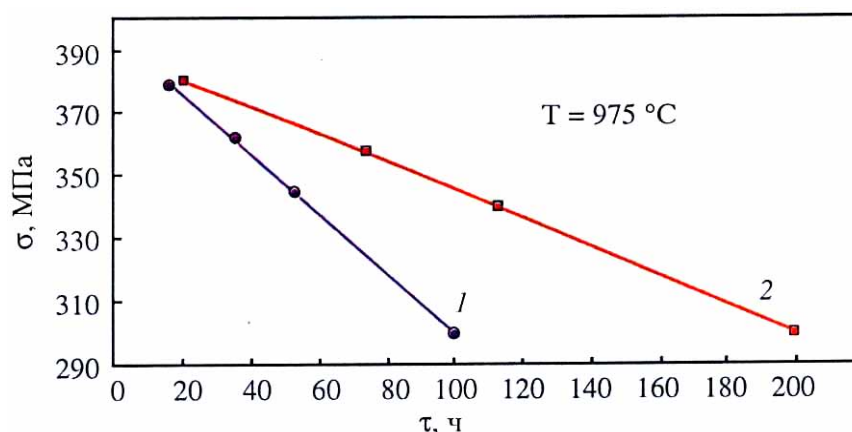
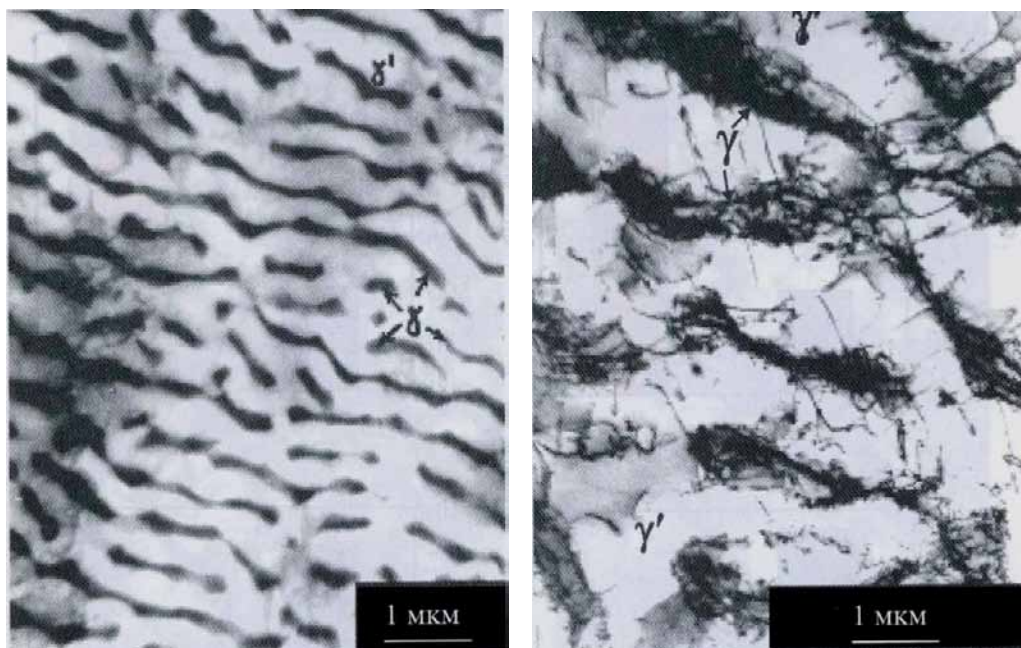


Рисунок 1.11. Влияние размера частиц γ' -фазы на длительную прочность сплава ЖС36-ВИ при $T = 975\text{ }^{\circ}\text{C}$ (средние значения): 1 – размер γ' -фазы $\sim 1\text{ мкм}$; 2 – размер γ' -фазы $\sim 0,35\text{ мкм}$

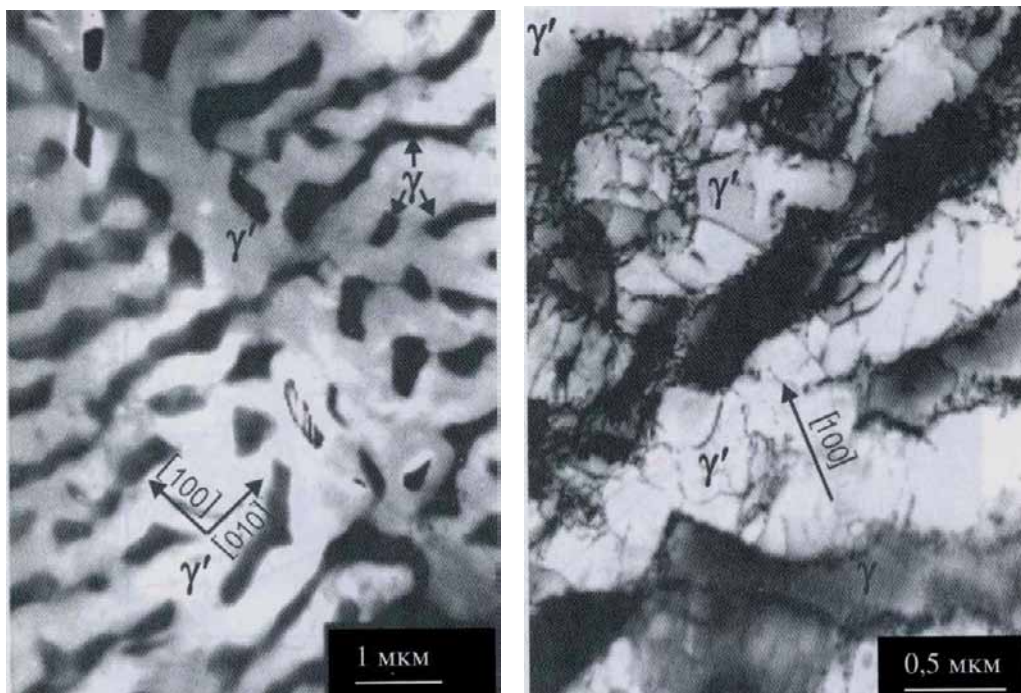
Механизмы накопления деформации и длительного разрушения в условиях ползучести монокристаллов ЖНС подробно исследованы в [11,12]. Под действием высоких температур и напряжений в монокристаллическом сплаве происходит сращивание частиц γ' -фазы и образование рафт-структуры, с ростом напряжений она огрубляется и искажается (рисунок 1.12). Образование ТПУ-фаз в сплаве ЖС36-ВИ не обнаружено.

Основу рафт-структуры образует «крупнозернистая» γ' -фаза, которая содержит прослойки γ -твердого раствора. На границе γ/γ' наблюдаются дислокационные сетки. Кристаллографическая ориентировка монокристалла ЖС36-ВИ [001] вдоль оси растяжения не нарушается вплоть до разрушения, наблюдаются лишь локальные азимутальные развороты участков γ/γ' на $\leq 5^{\circ}$.

Формирование такой структуры обусловлено перераспределением легирующих элементов в матрице (γ -фаза) под действием напряжений, обогащением граней кубоидной γ' -фазы, параллельных оси растяжения, γ' -образующими элементами сплава. Движущей силой такого изменения морфологии γ/γ' -структуры под влиянием температуры и напряжений является несоответствие параметров решеток и модулей упругости γ - и γ' -фаз [2]. Возникшая рафт-структура является барьером, для перемещения дислокаций и развития ползучести направлений растягивающих напряжений и в основном будет определять долговечность лопаток в процессе эксплуатации.



а



б

Рисунок 1.12 Рафт-структура сплава ЖС36-ВИ [001] в продольном сечении образца после испытаний на длительную прочность при $T = 975\text{ }^{\circ}\text{C}$:

а – $\sigma = 300\text{ МПа}$; б – $\sigma = 340\text{ МПа}$

Для сплава ЖС36-ВИ [001] построена зависимость длительной прочности (σ) от параметра Ларсена-Миллера (P) (рисунок 1.13).

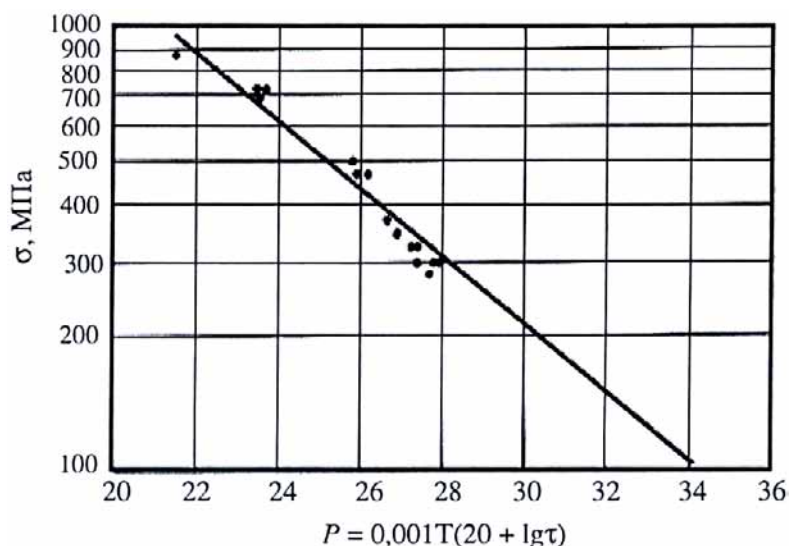


Рисунок 1.13 Зависимость длительной прочности (σ) от параметра Ларсена-Миллера (P) для монокристаллического сплава ЖС36-ВИ [001]

На основании параметрической зависимости $\sigma(P)$ проведена оценка средних значений длительной прочности сплава при 900, 1000, 1100, 1200 °С и ресурсе до 1000 ч (таблица 1.5). Для сравнения в таблице 1.5 сделано сопоставление по длительной прочности с жаропрочными ренийсодержащими сплавами ЖС32-ВИ, ЖС47-ВИ, ЖС49-ВИ, CMSX-4 и CMSX-10, расчетные данные для которых приведены в работе [13].

Таблица 1.5. Длительная прочность монокристаллических ренийсодержащих сплавов с кристаллографической ориентацией [001] (расчётные данные)

Сплав	σ_{100}^{900}	σ_{1000}^{900}	σ_{100}^{1000}	σ_{1000}^{1000}	σ_{100}^{1100}	σ_{1000}^{1100}	σ_{100}^{1200}
	МПа						
ЖС36-ВИ	450	360	320	240	200	160	130
ЖС32-ВИ	463	326	236	153	111	80	-
ЖС47-ВИ	590	430	330	220	170	-	-
ЖС49-ВИ	650	-	360	-	200	-	-
CMSX-4	519	362	260	163	137	-	-
CMSX-10	-	-	292	185	-	-	-

Как видно из таблицы по уровню длительной прочности сплав ЖС36-ВИ [001] существенно превосходит известный зарубежный сплав второго поколения CMSX-4 и сплав ЖС32-ВИ.

Таким образом, благодаря легированию и режимам термической обработки сплав ЖС36-ВИ обладает высокой структурно-фазовой стабильностью и не склонен к образованию ТПУ-фаз при испытаниях при высоких температурах и напряжениях, а полученные результаты по механическим свойствам сплава ЖС36-ВИ [001] показывают широкие возможности применения сплава при производстве монокристаллических рабочих лопаток ТВД авиадвигателей нового поколения.

Необходимость защиты рабочих поверхностей лопатки от агрессивного воздействия горячих газовых потоков в ходе эксплуатации приводит к необходимости нанесения защитных комплексных жаростойких покрытий. Для нанесения первого вида покрытия в России получил распространение циркуляционный газовый метод диффузионного насыщения металлов и сплавов [14-15]. Вследствие этого после проведения термической обработки лопатки ее подвергали нанесению покрытия циркуляционным газовым методом. Проведенные ранее исследования показали [16], что разработанные жаростойкие покрытия ГА и ГЦП CrAl значительно повышают жаростойкость малохромистых сплавов (ЖС26ВИ, ЖС36ВИ, ЖС32ВИ) и их прочностные свойства при высоких температурах, повышают предел выносливости ЖНС, а особенно термоусталость. По работоспособности двухстадийные ГЦП CrAl имеет значительное преимущество перед одностадийными ГА, что связано с его высокой жаростойкостью и пластичностью. Поэтому в качестве основного типа покрытия использовали именно двухстадийные ГЦП.

После 1 стадии насыщения хромом на поверхности ЖНС формируется равномерный и однородный диффузионный слой γ - (Ni-Cr) – фазы. Хромсодержащие слои достаточной толщины (10-20 мкм) образуются при температурах $\sim 1000^\circ\text{C}$. Повышение температуры насыщения выше $1040-1080^\circ\text{C}$ нецелесообразно с технологической точки зрения. Слой γ -фазы при газовом хромировании всегда растет в глубь сплава, при этом на границе роста γ -фаза-сплав наблюдается повышенное количество алюминия [из γ' -(Ni₃Al)-фазы, содержащейся в сплаве, вследствие реакции

$$\gamma'-(\text{Ni}_3\text{Al}) + \text{Cr} \rightarrow \gamma-(\text{Ni-Cr}) + \text{Al}.$$

Известны данные [1] о том, что повышенное содержание Cr приводит к существенному снижению температур полного растворения упрочняющей γ' -фазы никелевых жаропрочных сплавов, т. е. Cr снижает термическую стабильность γ' -фазы. В связи с этим для сплавов с большей температурой полного растворения γ' -фазы насыщение следует проводить при более высокой температуре для достижения эквивалентной толщины γ -слоя. Отсюда можно сделать предположение, что если образование γ -слоев зависит от стабильности упрочняющей γ' -фазы, то на одном и том же сплаве путем подбора соответствующего режима предварительной термической обработки (хотя бы частично

дестабилизирующей частицы γ' -фазы для последующей химико-термической обработки) можно значительно варьировать толщину хромосодержащих слоев.

Для формирования покрытий системы Ni-Cr-Al после проведения газофазного насыщения хромом и образования γ -слоя проводили насыщение алюминием. При этом использовали газовое циркуляционное алитирование по режимам, обеспечивающим малоактивный механизм формирования покрытий (ГЦП CrAl). При нанесении двухстадийного ГЦП CrAl на монокристаллический сплав ЖС36ВИ по существующей технологии после первой стадии насыщения на поверхности образуется слой γ -(Ni, Co, Cr) толщиной ~ 12 мкм, обогащенный Cr. Этот слой растет в глубь сплава за счет растворения γ' -фазы. После проведения второй стадии газового алитирования формируется окончательное покрытие толщиной ~ 40 мкм, внешняя зона которого состоит из интерметаллида (Ni,Co)Al с высоким содержанием Al [$\sim 48\%$ (ат.)], легированной до 1% (ат.) Cr (рисунок 1.14). В широкой диффузионной зоне с экстремальным содержанием W [6,5 % (ат.)], Cr [7,5 % (ат.)], [Re 1,0 % (ат.)] наблюдаются глобулярные выделения. Матрицей диффузионной зоны является NiAl с пониженным содержанием Al, а на границе сплав-покрытие возникает большой концентрационный градиент по Ni, Al, Cr, W, Re. Из-за отсутствия в сплаве углерода на границе внешней и диффузионной зон покрытия не происходит образования барьера из карбидов Me_2C_6 и MeC. На границе диффузионной зоны и сплава находится тонкая прослойка γ' -фазы.

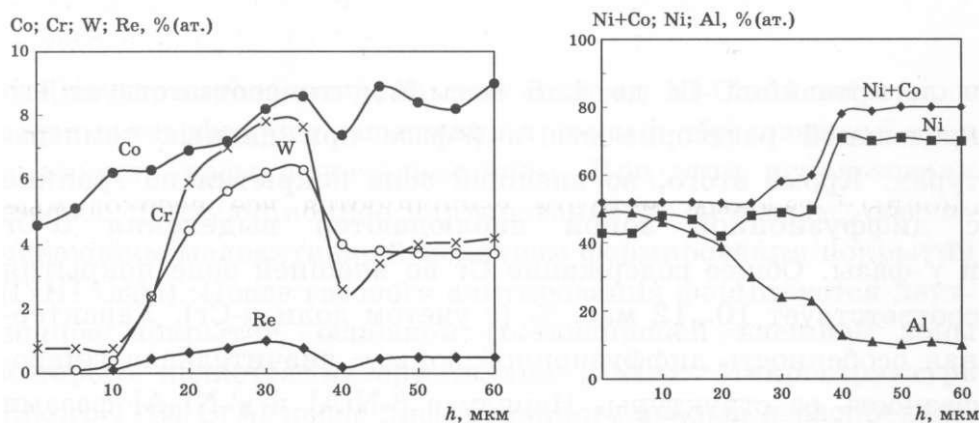


Рисунок 1.14. Распределение элементов в газациркуляционном покрытии CrAl на сплаве ЖС36ВИ [001] (h — расстояние от поверхности)

Таким образом, нанесение ГЦП CrAl на сплав ЖС36ВИ приводит к увеличению (~ 2 раза) общего содержания хрома в покрытии, особенно значительно в диффузионной зоне. Наличие хрома во внешней зоне, содержащей β -фазу (Ni, Co)Al примерно соответствует его растворимости при данных температурах. В ней наблюдаются мелкодисперсные выделения α -Cr и α -W, количество и размер которых увеличиваются при приближении к исходной границе сплава.

При насыщении хромом кристаллографическая ориентация подложки практически не влияет на рост слоя и эпитаксии роста не наблюдается, что скорее всего связано с замедленной диффузией хрома. Следует отметить, что предварительное насыщение хромом несколько измельчает зеренную структуру покрытий при последующем проведении газового алитирования, хотя это измельчение гораздо менее заметно, чем для высокоактивных газовых и порошковых процессов. Это связано с тем, что на второй стадии образования Ni-Cr-Al-покрытия также сохраняется частично эпитаксиальный рост кристаллитов β -фазы, хотя и на более мелкодисперсную подложку с поверхностным γ -(Ni - Cr)-слоем. На долговечность покрытий, полученных циркуляционным газовым методом, положительно влияет зеренная структура внешней зоны покрытий с малым количеством высокоугловых границ, что при высоких температурах способствует уменьшению скорости ползучести и предотвращению разрушения по границам кристаллитов β -фазы.

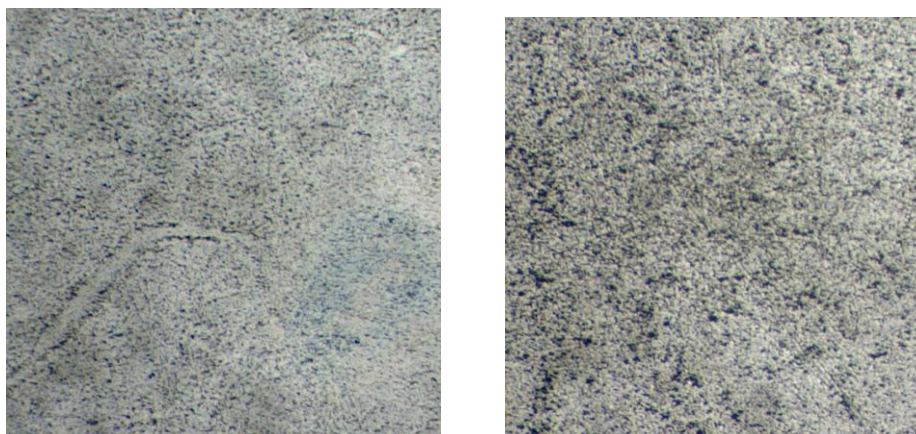
После нанесения ГЦП и последующего диффузионного отжига в технологическую схему обработки введена операция ВГО как метод борьбы с микропористостью литых монокристаллических лопаток, которая является практически неизбежным дефектом литых монокристаллических лопаток ТВД. В результате ВГО происходит залечивание микропор, уменьшается ликвационная неоднородность сплава, увеличивается его пластичность и стабилизируются свойства отливок [17-20]. Требования, предъявляемые к параметрам ВГО монокристаллических ЖНС — гарантированное устранение микропористости и предотвращение рекристаллизации сплава в процессе ВГО.

Проведенные на 2-м и 3-м этапе работ исследования по оптимизации режимов ВГО монокристаллического сплава ЖС36-ВИ [001] позволили сформулировать следующие технологические рекомендации:

1. Температура ВГО должна находиться в интервале между температурой между сольвусом и температурой плавления неравновесной эвтектики, чтобы обеспечить выравнивание химического состава за счет дополнительной гомогенизации сплава;
2. Время выдержки при ВГО регламентируется не только залечиванием микропор в сплаве, но и выравниванием его химического состава в осях и междоосном пространстве
3. Давление в газостате должно превышать предел текучести сплава и обеспечить залечивание микропор минимального размера (в данном случае около 50 мкм), образовавшихся в процессе гомогенизации в соответствии с установленными зависимостями (рисунки 1.4...1.9 отчета за 3-й этап);
4. Температура последующего отжига не должна приводить к рекристаллизации сплава в деформированных областях в зоне залеченных микропор, что обеспечивает нагрев в интервале температур 950...1100°C, обеспечивающий снятие напряжений I и II рода.

В результате проведенных экспериментов на 2-м и 3-м этапах было установлено, что давление в газостате P_0 , обеспечивающее залечивание микропор около 50 мкм должно составлять 180 МПа и в этом случае должна быть скорректирована оптимальная температура для ВГО с 1310 °С до 1320°С, которая как раз попадает в интервал между сольвусом и температурой плавления неравновесной эвтектики (1315 и 1326 °С при вышеуказанном давлении в газостате). Время выдержки, обеспечивающее залечивание микропор и выравнивание его химического состава в осях и междоосном пространстве в сплаве составляет 3 часа, а необходимый режим последующего диффузионного отжига – 1050°С, выдержка 3 часа.

Проведение ВГО монокристаллических образцов из сплава ЖС36-ВИ [001] по оптимальному температурно-силовому режиму в однофазной γ – области обеспечило устранение микропористости, уменьшило ликвационную неоднородность в сплаве, не привело к объемной рекристаллизации (рисунок 1.15) и повысило длительную прочность по долговечности примерно в 1,4 раза (таблица 1.6).



а

б

а – продольный шлиф; б – поперечный шлиф.

Рисунок 1. 15. Структура сплава ЖС36ВИ [001] рабочих лопаток после проведения ВГО-3 и последующего отжига, $\times 500$

Таблица 1.6. Результаты испытаний образцов из сплава ЖС36-ВИ [001] после ВГО

№ образца	σ , МПа	Температура испытания, °С	Время до разрушения образца
1	360	975	55 часов 20 минут
2	360	975	67 часов 15 минут
3	360	975	62 часа 20 минут

Полученные данные свидетельствуют о высокой длительной прочности сплава ЖС36-ВИ [001] после проведения ВГО, при этом характеристики долговечности при 975°С превосходят требования ТУ на сплав.

Заключительным этапом формирования свойств лопатки из сплава ЖС36-ВИ [001] является нанесение окончательного вида покрытия – конденсационно-диффузионного методом ИПП. При этом при выборе вида покрытия на предыдущих этапах работы опирались на накопленный опыт. Использование МК покрытий из сплавов системы Me-Cr-Al-Y в опытном и серийном производствах, который позволяет сделать следующие обобщения [21-25]:

1. Характерными особенностями ионно-плазменных одностадийных конденсированных покрытий системы Me-Cr-Al-Y, являются их мелкодисперсная структура, высокая стойкость к образованию трещин термоусталости, высокая адгезия (свыше 100 МПа), а также высокая точность их осаждения по толщине и элементному составу и сравнительно низкая стоимость. Эти особенности ионно-плазменных МК покрытий обеспечивают их высокую термостойкость в контакте с жаропрочными сплавами и минимальное влияние на механические характеристики материала основы, а в ряде случаев позволяют значительно повысить свойства композиции сплав-покрытие, например, малоцикловую усталость, термостойкость, жаропрочность на больших базах испытаний. В зависимости от состава эти покрытия разделяются на высокотемпературные (Ni-Cr-Al-Y; Ni-Cr-Al-Ta-Y; Ni-Cr-Al-W-C-Y и др.), работоспособные при температурах 1050-1100°С и низкотемпературные (Ni-Co-Cr-Al-Y; Co-Cr-Al-Y; Co-Cr-Al-Ni-Y и др.), обеспечивающие работу лопаток турбин в области температур 750-1000°С при наличии коррозионной среды. Покрытия этих систем успешно используются и в качестве подслоев для легированных диффузионных, конденсационно-диффузионных и теплозащитных покрытий.

2. В связи с разработкой оригинальных ионно-плазменных конденсационно-диффузионных МК покрытий, обладающих более высокими (в 2-3 раза) защитными свойствами по сравнению с конденсированными покрытиями, область эффективного использования конденсированных покрытий сужается и конденсированные покрытия рассматриваются в основном как подслои для легированных диффузионных, конденсационно-диффузионных и теплозащитных покрытий.

Новый класс жаростойких ионно-плазменных конденсационно-диффузионных жаростойкие покрытий содержит конденсированный и диффузионный алюминидные слои, что достигается путем нанесения конденсированного слоя и последующего формирования в пределах его толщины диффузионного слоя на основе легированного моноалюминид Me (Me-Ni; Ni-Co; Co-Ni) с точно контролируемым содержанием алюминия [22, 24].

Конденсационно - диффузионные (К-Д) покрытия в отличие от конденсированных покрытий имеют больший запас алюминия при одинаковой толщине покрытия (толщина К-Д покрытия определяется толщиной конденсированного слоя, т. к. диффузионный слой образуется в пределах конденсированного слоя), имеют многослойное строение с градиентным распределением основных легирующих элементов (Al, Cr, Co и др.). Процесс проводится на модернизированной промышленной ионно-плазменной установке МАП-1М или МАП-2 (вариант установки МАП-1М с компьютерным управлением) и позволяет изменять физико-химические свойства обрабатываемой поверхности путем управления ее структурно-фазовым состоянием.

Защитные свойства К-Д покрытий определяются составом материалов, используемых для формирования покрытия, конструкцией покрытия (двухслойное или трехслойное покрытие) толщиной покрытия и содержанием в нем основных легирующих элементов. К-Д покрытия разделяются на высокотемпературные, обеспечивающие защиту лопаток турбины современных ГТД в области температур 1050-1250°C и на покрытия, предназначенные для защиты лопаток промышленных газотурбинных установок от сульфидно-оксидной коррозии в области температур 700-950°C и длительных забросов температур более 1100°C. Можно отметить, что благодаря возможности целенаправленного легирования К-Д покрытия имеют значительно более высокие защитные свойства чем обычные конденсированные покрытия, что и обусловило их широкое использование в промышленности.

Разработка высокотемпературных К-Д покрытий обусловлена проблемой увеличения ресурса рабочих лопаток турбины высокого давления (ТВД) теплонапряженного ГТД, работающих длительно при температуре ~ 1150°C с забросами температуры свыше 1200°C.

Разработка состава нового, более жаростойкого, МК покрытия основана на легировании конденсированного покрытия системы Me-Cr-Al элементами, ограничивающими диффузионную активность сплава в контакте с жаропрочным сплавом и элементами, повышающими адгезию внешней защитной пленки. В качестве этих элементов были использованы Ta, Y, Re. Кроме того анализ литературы и собственных исследований показал, что наиболее высокими защитными свойствами обладают конденсационно-диффузионные покрытия со вторым внешним слоем на основе Al-сплавов систем Al-Ni-Y; Al-Y; Al-Ni-Cr-Y, которые при минимальном уровне удельного накопления массы от Al-сплава 40 г/м² и толщине подслоя 80 мкм обеспечивают длительность экспозиции сплава с покрытием 100-120 час. до появления первого дефекта на покрытии (точечная коррозия) при 1200°C и 500-550 час. при температуре 1150°C. Отметим, что для базового покрытия из сплава СДП-2 эти времена составляют, соответственно, 30-40 и 70-100 час. В настоящем исследовании в качестве внешнего подслоя использовали систему Al-Ni-Cr-Y.

Для получения качественных жаростойких покрытий использована модернизированная промышленная установка МАП-1М или МАП-2 (МАП-2 – вариант установки МАП-1М с компьютерным управлением), которая представлена на рисунках 1.16, 1.17. Технические характеристики установки МАП-2 приведены в таблице 1.7.



Установка МАП-2

Рисунок 1.16 Вакуумная плазменная установка МАП-2, с компьютерной системой управления

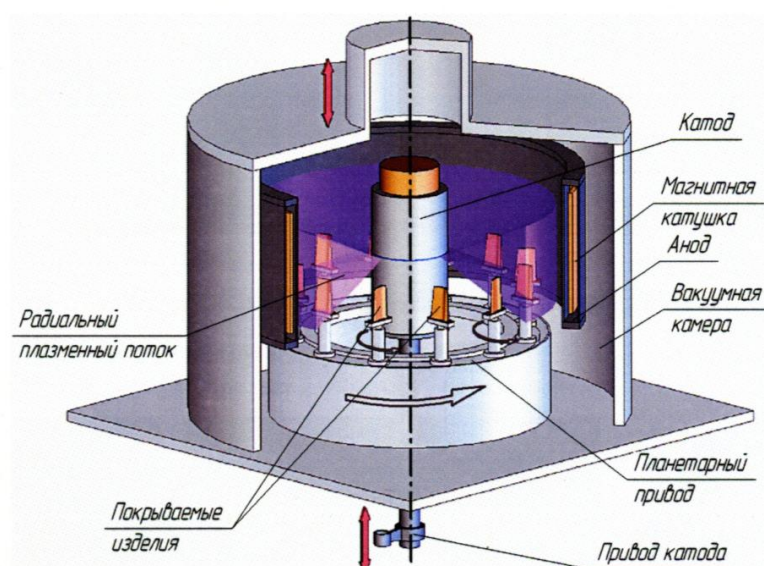


Рисунок 1.17. Схема ионно-плазменной установки МАП-2

Установка обеспечивает воспроизводимость элементного состава и толщины защитного слоя при нанесении покрытия благодаря автоматическому поддержанию установленного режима осаждения с точностью < 5%.

Базируясь на вышеописанных подходах для монокристалльных лопаток ТВД ЖС36-ВИ с КГО [001] авиационных ГТД нового поколения получено и прошло успешное опытно-промышленное опробование на ООО «Турбомет» (г. Екатеринбург) комплексное градиентное покрытие ГЦП CrAl + NiCrAlTaReY + AlNiCrY (рисунок 1.18) обладающее уникальными защитными свойствами при $T = 1100 - 1250^{\circ}\text{C}$ (рисунок 1.19), предназначенное для монокристалльных лопаток из сплава ЖС36-ВИ [001] для перспективных ГТД 5-го поколения с температурой газа на входе в турбину 1550°C .

Таблица 1.7. – Технические характеристики установки МАП-2

Технические характеристики	Значение
Установочная мощность, кВт	80
Питающее напряжение, В	3х380
Расход воды, м ³ /ч	1,8
Предельное разрежение, Па (мм рт.ст.)	$6,8 \times 10^{-3}$ (5×10^{-5})
Количество каналов для подачи реактивного газа, шт	3
Диапазон регулирования расхода газа для 1-2 (3) каналов, нл/ч	1,8-18 (3,6-36)
Газоразрядный источник ионов аргона: рабочее напряжение, кВ ток разряда, мА	1,5-3 150-400
Ток и напряжение генератора плазмы: А, В	400-1000, 35 ±5
Скорость испарения при токе дуги 700 А, г/мин	4 ±1
Напряжение на покрываемых деталях, В	10-1000
Ионный ток на покрываемых деталях, А	до 50
Количество вращающихся позиций для установки покрываемых деталей, шт	24
Высота зоны покрытия вдоль оси вращения, мм	не более 200
Максимальный диаметр покрываемых деталей вращения, мм (шт.)	65 (24); 130 (12)
Габарит установки, мм	2100х4600х2650
Масса установки, кг	1850

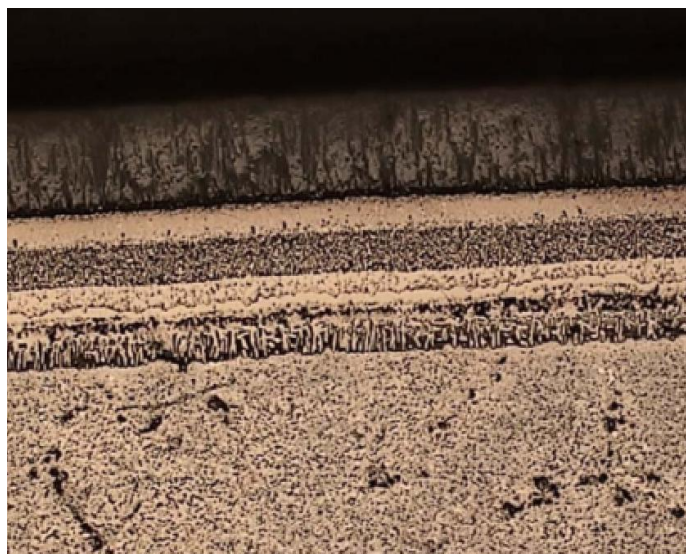


Рисунок 1.18. Жаростойкое градиентное защитное покрытие на рабочей лопатке ТВД из сплава ЖС36-ВИ с проникающей системой охлаждения

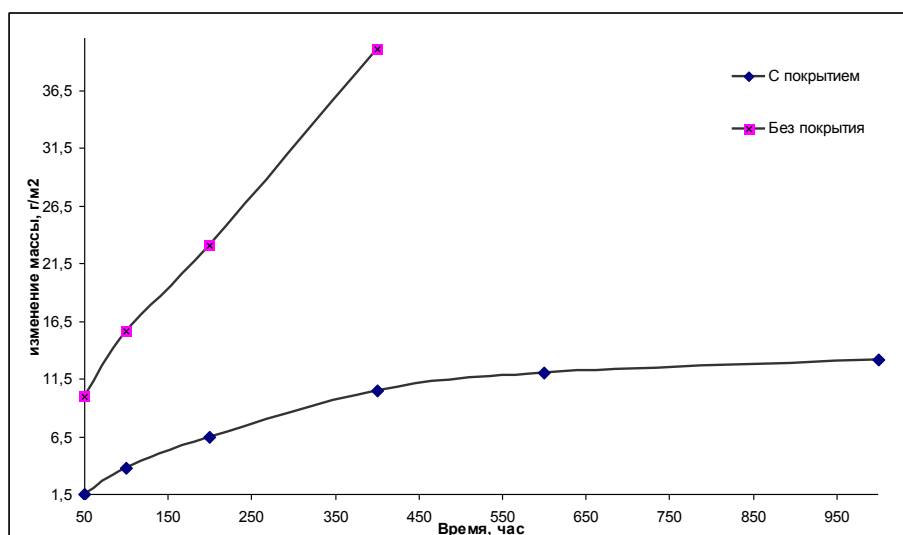


Рисунок 1.19. Изменение массы (привес) сплава ЖС36-ВИ [001] с комплексным градиентным покрытием при испытании на жаростойкость при $T=1100^{\circ}\text{C}$ на воздухе

Таким образом, представленные обобщенные результаты по проекту в области получения и обработки авиационных материалов для лопаток современных ГТД на основе жаропрочных монокристаллических никелевых сплавов с жаростойкими защитными градиентными покрытиями позволяют при оценке полноты решения задач и эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем заключить следующее. Разработанные технологические схемы получения (монокристалльное литье), обработки (ВГО, ВПТВЭ и др.), проведенный анализ структуры и свойств монокристаллических лопаток современных ГТД на основе перспективного жаропрочного монокристаллического никелевого сплава ЖС36-ВИ с КГО [001] с жаростойкими

защитными градиентными покрытиями (ГЦП CrAl - ИПП (NiCrAlTaReY + AlNiCrY) в полной мере решают поставленные задачи по получению монокристаллических лопаток для газотурбинных двигателей нового поколения из промышленных никелевых сплавов с оригинальными жаростойкими покрытиями, позволяющими увеличить их эксплуатационный ресурс, а высокие результаты испытаний, расчетов жаропрочности и жаростойкости полученных материалов (рисунки 1.13, 1.19, таблицы 1.5, 1.6) подтверждают их высокую эффективность в сравнении с современным научно-техническим уровнем.

1.2. Сплавы с памятью формы для различных областей конструкционного и функционального назначения

На предыдущих этапах проекта по данным видам материалов был проведен следующий комплекс работ:

- на 1-м этапе, исходя из анализа литературных данных и результатов собственных исследований, было предложено в качестве перспективных материалов с памятью формы для различных областей конструкционного и функционального назначения использовать сплавы на основе никелида титана, а так же двухфазные титановые сплавы типа ВТ16, ВТ22. В качестве методов получения и обработки этих сплавов предложено использовать методы СБЗР, термической и термомеханической обработки, включая ИПД. Осуществлен выбор составов сплавов, сформулированы конкретные направления решения задач по повышению их прочностных характеристик, разработана методика проведения исследований и основные подходы получения необходимых свойств;
- на 2-м этапе предложены технологические схемы получения методом СБЗР и последующей обработки лент, а так же термомеханической обработки прутков, включающей операции ИПД - РКУП сплавов на основе никелида титана различного состава и получены соответствующие полуфабрикаты в виде лент и прутков в различном состоянии, включая наноструктурное; проведены комплексные исследования микроструктуры, фазового анализа, физико-механических свойств полученных полуфабрикатов, свидетельствующие о возможности формирования высокого комплекса свойств предложенными методами;
- на 3-м этапе выполнены экспериментальные исследования, направленные на отработку научных основ синтеза и обработки авиационных материалов на основе сплава титана ВТ16, обладающего эффектом памяти формы; отработаны технологические режимы термической обработки; предложены рекомендации по совершенствованию способов, направленных на получение полуфабрикатов (пруток, проволока) из сплава в высокопрочном состоянии; разработано фиксирующее стержневое устройство с памятью формы из сплава ВТ16 и проведены его испытания.

На этом этапе работы обобщены результаты предыдущих исследований с включением новых экспериментальных данных как по сплавам на основе никелида титана, так и по двухфазным сплавам титана.

1.2.1. Сплавы на основе никелида титана

Анализ литературы, проведенный на 1-м этапе, показал, что использованный в работе метод спиннингования является наиболее перспективным из методов СБЗР для измельчения зеренной структуры различных систем на основе никелида титана [26-39], и может в определенной мере смоделировать формирующуюся структуру тонкого покрытия, например, на жаропрочном титановом моноколесе, которое может повысить его усталостные характеристики за счет высокой демпфирующей способности как описано в работе [40] .

В качестве исходных материалов на основе никелида титана, получаемых методом СБЗР, были взяты двухкомпонентные сплавы системы Ti-Ni (в ат.%): $Ti_{60}Ni_{40}$, $Ti_{58}Ni_{42}$, $Ti_{55}Ni_{45}$, $Ti_{53}Ni_{47}$, $Ti_{52}Ni_{48}$, $Ti_{51}Ni_{49}$, $Ti_{50}Ni_{50}$, (исследованы на 1-2 этапах), а так же сплавы систем Ti-Ni-Hf ($Ti_{50}Ni_{38}Hf_{12}$, $Ti_{38}Ni_{50}Hf_{12}$) и Ti-Ni-Hf-Cu ($Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$, $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{25}Cu_{25}$) (получены на 1-м этапе, основные исследования проведены на 4-м этапе).

Исходными материалами для сплавов служили высокочистые компоненты: йодидный титан (чистотой 99,8%), никель НО (99,99%). Слитки сплавов на основе никелида титана выплавляли электродуговым методом с нерасходуемым электродом в атмосфере очищенного гелия (99,99 %) с тройным переплавом.

Технологическая схема получения и обработки сплавов никелида титана методом СБЗР включала следующие операции:

1. Гомогенизация сплавов в вакууме при 900°C в течение 10 часов.
2. Закалка в воду с температуры гомогенизации
3. Получение тонкомерной ленты методом спиннингования струи на медный барабан с различными скоростями охлаждения : 10^5 , 10^6 , 10^7 К/с.
4. Отжиг образцов печи электросопротивления в вакууме при 450, 500, 550°C, в течение 2-15 мин. (сплавы системы Ti-Ni) и при 300-550°C в течение 10 мин (сплавы систем Ti-Ni-Hf, Ti-Ni-Hf-Cu)

Наряду с методом СБЗР для измельчения структуры и формирования высокого комплекса свойств в никелидах титана использовали, метод ИПД, а именно равноканальное угловое прессование (РКУП), которое широко используется для получения структур с субмикронным и наномерным размером зерна [41-43]. Использование техники интенсивной пластической деформации методом РКУП позволяет получить длинномерные заготовки без изменения их поперечного сечения. Это обеспечивает возможность их многократного интенсивного деформирования для получения субмикро- и наноструктурного состояния.

Технологическая схема получения и обработки полуфабрикатов из сплава на основе никелида титана включала следующие операции:

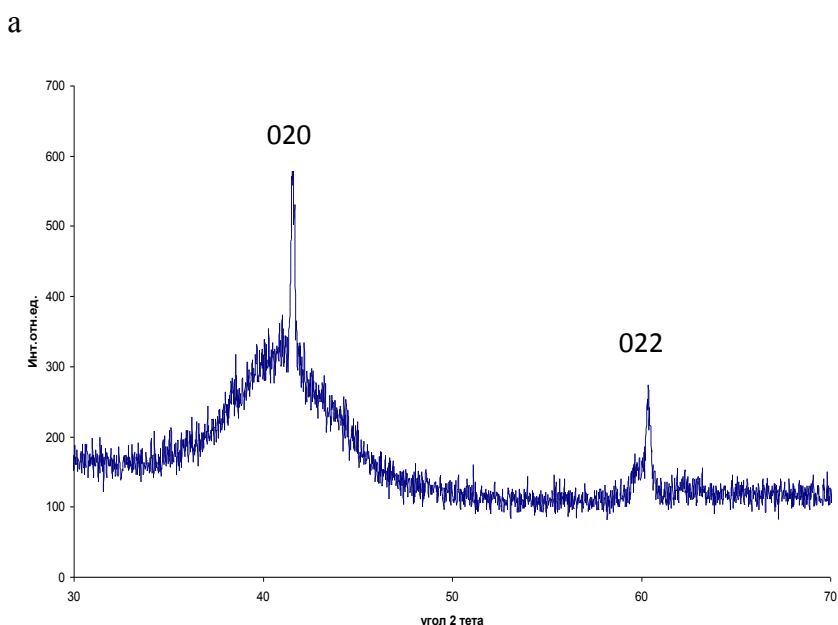
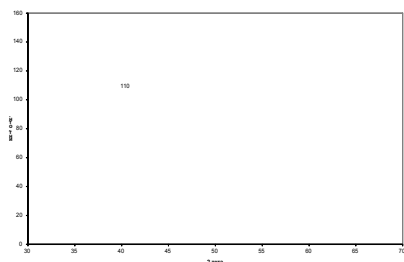
1. Получение слитка $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ электродуговым методом с нерасходуемым электродом в атмосфере очищенного гелия (99,99 %) с тройным переплавом.
2. Гомогенизация слитка в вакууме при 900°C в течение 10 часов.
2. Закалка в воду с температуры гомогенизации
3. Получение методами горячей сортовой прокатки прутков диаметром 23 мм
4. Механическая обточка прутков на диаметр 20 мм.
5. Резка прутков на мерные длины по 100 мм.
6. Поведение РКУП в специальной оснастке через два канала с одинаковыми поперечными сечениями, пересекающимися под углом, близким 90°, при 350, 400, 450 и 500°C. После одного прохода образец помещали в печь с такой же температурой как при деформировании, затем образец поворачивали на 90° и снова повторяли деформацию. РКУП осуществляли от 1 до 12 проходов.
7. Отжиг образцов печи электросопротивления в вакууме при температурном интервале 250 - 450°C, в течение 20 мин.

Измерения температурной зависимости электросопротивления сплавов проводили в интервале температур от 270 до 400 К на образцах в виде прямолинейного отрезка ленты. Погрешность определения характеристики ρ не превышала 5%. Механические испытания выполняли в условиях растяжения при комнатной температуре на разрывной машине "Инстрон" со скоростью деформации $5,5 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Значения механических свойств σ_m , σ_t , σ_b , δ_y , δ_0 , ε_{py} рассчитаны как среднестатистические из значений для 20 образцов с ошибкой измерения ~10%. В работе также измерялась микротвердость по Виккерсу, определяемая стандартным методом вдавливания алмазной пирамиды.

Как было показано на 1-м этапе выполнения работ (раздел 4.3), двойные сплавы на основе никелида титана в зависимости от содержания титана и никеля в исходных слитках СБЗР-сплавы могут находиться полностью в кристаллическом состоянии ($Ti_{50}Ni_{50}$, $Ti_{51}Ni_{49}$, $Ti_{52}Ni_{48}$), в аморфно-кристаллическом ($Ti_{53}Ni_{47}$) или в аморфном ($Ti_{55}Ni_{45}$, $Ti_{58}Ni_{42}$, $Ti_{60}Ni_{40}$) состояниях. То есть при отклонении химического состава от стехиометрии, большем чем на 5%, сплавы при БЗР аморфизуются.

Рентгеноструктурные исследования (рисунок 1.20) сплавов систем Ti-Ni-Hf, Ti-Ni-Hf-Cu показали, что сплав $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{25}Cu_{25}$ после СБЗР находится в аморфном, а сплавы $Ti_{50}Ni_{38}Hf_{12}$, $Ti_{38}Ni_{50}Hf_{12}$, $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$ в аморфно-кристаллическом состоянии. Дифрактограмма сплава $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{25}Cu_{25}$ в аморфном состоянии характеризуется практически единственным диффузным и очень широким максимумом вблизи положения линии $\{110\}_{B2}$ (рисунок 1.20 а). На дифрактограммах остальных сплавов наряду с широким диффузным максимумом вблизи положения линии $\{110\}_{B2}$, характеризующим аморфную

составляющую, имеются дополнительные дифракционные “тонкие” максимумы, характерные для кристаллов В19'-мартенсита, либо В2-фазы (рисунок б).



б

Рисунок 1.20 Дифрактограммы сплавов Ti₃₂Hf₁₈Ni₂₅Cu₂₅ (а) и Ti₃₈Ni₅₀Hf₁₂ (б) в состоянии после СБЗР.

Для сплава Ti_{49,4}Ni_{50,6}, подвергнутого РКУП показано, что после ИПД РКУП он имеет достаточно однородную структуру с практически равноосными зернами, средний размер которых не превышает 200-300 нм (рисунок 1.21), в большом количестве встречаются и зерна меньших размеров. Кольцевые распределения многочисленных рефлексов на электронограммах, как и темнопольные эксперименты, свидетельствуют о преобладании большеугловых случайных разориентаций соседних зерен.

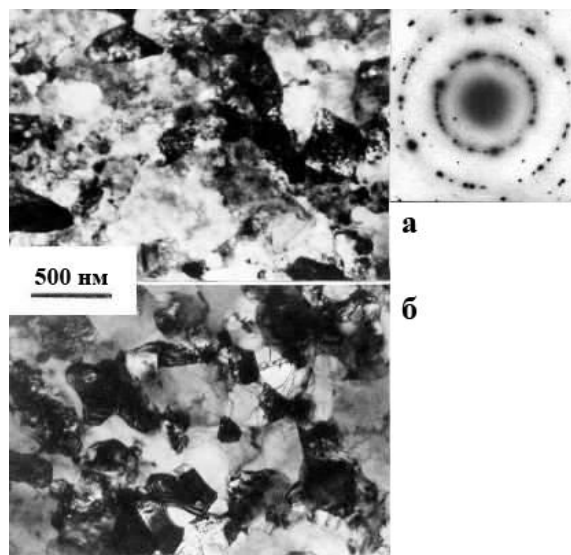


Рисунок 1.21 Электронномикроскопические изображения сплава $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ после РКУП: а – светлое поле и электронограмма сплава после РКУП при 350°C, 8 проходов, б – светлое поле после РКУП при 450°C, 12 проходов

Границы многих зерен, как и их субструктура видны электронномикроскопически достаточно отчетливо, особенно после РКУП при более высокой температуре 450°C (рисунок 1.21 б). Их изображения, как правило, не отличаются прямолинейностью, часто имеют выпукло-вогнутую или извилистую геометрию. Дифракционный контраст в зернах неоднороден и его изменения деформационной природы при наклоне образцов указывают на высокий уровень внутризеренных искажений, локализованных как внутри зерен, так и на их границах. Более крупные зерна содержат дефектную субструктуру с высокой плотностью дислокаций, наблюдаемых на фоне изогнутых и уширенных экстинкционных контуров. Все эти особенности контраста четче наблюдаются на рисунок 1.21 б, демонстрируя, очевидно, несколько меньший уровень внутренних напряжений в сплаве, испытывавшем, хотя и большее число проходов РКУП, но при несколько более высокой температуре.

Измерения механических свойств двойных сплавов после СБЗР в процессе растяжения при комнатной температуре показали (рисунок 1.22), что сплавы с повышенным содержанием титана в кристаллическом состоянии со структурой B19'-мартенсита имеют низкий предел критического напряжения мартенситного сдвига σ_m (120-140 МПа), по достижении которого продолжение нагружения формирует площадку "фазовой" псевдотекучести $\varepsilon_{пу} \approx 5\%$, обусловленную псевдоупругой деформацией мартенсита. Поскольку M_f данных сплавов превышает комнатную температуру и, следовательно, они находятся в мартенситном состоянии, их неупругая деформация при $\sigma > \sigma_m$ осуществляется за счет когерентной переориентации мартенситных кристаллов в направлении действующей силы. Лишь сплав стехиометрического состава $Ti_{50}Ni_{50}$ (кривая 1 на рисунке 1.22) имеет критические температуры $M_s=315K$ и $M_f=285K$, поэтому при данной деформации в нем

наряду с процессом переориентации кристаллов B19'-мартенсита завершается индуцированное нагружением B2→B19' мартенситное превращение остаточного аустенита и σ_m несколько выше (на 10-20 МПа). При дальнейшем нагружении образцов (за площадкой псевдотекучести) следует стадия линейного деформационного упрочнения до напряжения, отвечающего верхнему "деформационному" пределу текучести σ_T ($\sigma_{0,2}$ в таблице 1.8). При больших нагрузках происходит пластическая деформация скольжением и двойникованием, кривые растяжения приобретают параболический характер вплоть до разрушения, при котором определяются предел прочности σ_b и остаточное удлинение δ_0 (таблица 1.8).

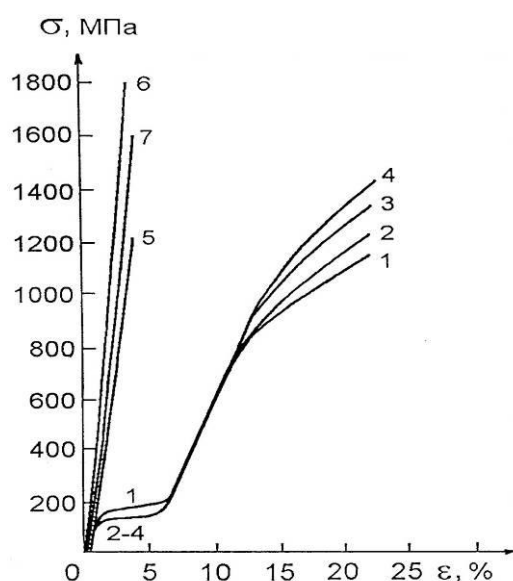


Рисунок 1.22 Механические свойства СБЗР сплавов $Ti_{50}Ni_{50}$ (1), $Ti_{51}Ni_{49}$ (2), $Ti_{52}Ni_{48}$ (3), $Ti_{53}Ni_{47}$ (4), $Ti_{55}Ni_{45}$ (5), $Ti_{58}Ni_{42}$ (6), $Ti_{60}Ni_{40}$ (7)

Таблица.1.8. Протокол измерений механических свойств быстрозакаленных бинарных сплавов системы Ti-Ni при комнатной температуре

№ п/п	Сплав	σ_b , МПа	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_m , МПа	δ_0 , %	δ_y , %	$\varepsilon_{пу}$, %
1	$Ti_{50}Ni_{50}$	1100	700	140	19	-	5
2	$Ti_{51}Ni_{49}$	1200	750	120	18	-	5
3	$Ti_{52}Ni_{48}$	1310	860	120	18	-	5
4	$Ti_{53}Ni_{47}$	1430	900	120	18	-	5
5	$Ti_{55}Ni_{45}$	1220	-	-	-	3,0	-
6	$Ti_{58}Ni_{42}$	1800	-	-	-	4,0	-
7	$Ti_{60}Ni_{40}$	1600	-	-	-	3,5	-

Аморфные сплавы $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{45}$, $\text{Ti}_{58}\text{Ni}_{42}$ и $\text{Ti}_{60}\text{Ni}_{40}$ при растяжении разрушаются хрупко (рисунок 1.22, кривые 5, 6 и 7), у них практически отсутствует стадия деформационного упрочнения, но упругая деформация δ_y достигает 3-4%. Диаграммы растяжения имеют, как правило, линейный ход. Предел прочности σ_b варьирует от 1200 до 1800 МПа при изменении содержания титана в сплаве.

Были определены деформационные характеристики эффекта памяти формы (ЭПФ) в СМК-сплавах TiNi методом деформации изгибом и последующим нагревом. Полное (100%) восстановление формы в них сохраняется после деформации изгибом до 6-7%. Наблюдался также спонтанный эффект обратимого (двунаправленного) запоминания формы (ЭОЗФ) при термоциклировании после первоначального изгиба, который составлял до 10% от однонаправленного.

С помощью температурных зависимостей электросопротивления $\rho(T)$ бинарных СБЗР-сплавов Ti-Ni в исходном состоянии (полученных со скоростью $V_{\text{охл}}=10^6$ К/с) методом пересечения двух касательных были определены критические температуры начала и конца прямого и обратного мартенситных $B2 \leftrightarrow B19'$ переходов, что позволило построить полную диаграмму мартенситных превращений для СБЗР-сплавов Ti-Ni, обогащенных титаном, в исходном состоянии (рисунок 1.23).

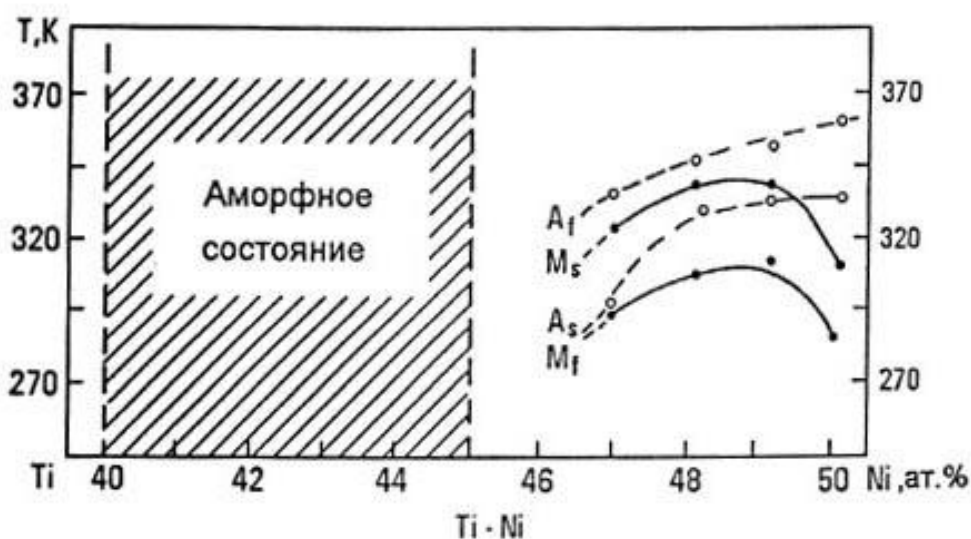


Рисунок 1.23 Полные диаграммы мартенситных превращений $B2 \rightarrow B19'$ в СБЗР-сплавах $\text{Ti}_{60}\text{Ni}_{40} - \text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$, скорость закалки $V_{\text{зак}}=10^6$ К/с

Электронномикроскопические исследования показали, что аморфные СБЗР-сплавы Ti-Ni ($\text{Ti}_{60}\text{Ni}_{40}$, $\text{Ti}_{58}\text{Ni}_{42}$, $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{45}$), подвергнутые нагреву в вакуумной печи и последующему изотермическому отжигу при температуре в интервале 450-550°C уже в течение нескольких минут (2-5'), испытывают кристаллизацию с образованием нанокристаллической структуры. Размер нанозерен в них после отжига 500°C, 5 мин. варьирует от 20 до 80 нм, а средний

размер составляет 30-35 нм (рисунок 1.24а). Дисперсность нанозерен возрастает в ряду изученных сплавов по мере роста содержания титана. Нанозерна имеют глобулярную округлую форму и, как показал темнопольный анализ, случайную большеугловую разориентацию друг относительно друга. Лишь в некоторых случаях наблюдались скопления нанозерен близкой малоугловой или двойниковой разориентации. При этом в темнопольных экспериментах они одновременно "светились" в рефлексах, расположенных в пределах диафрагмы (рисунок 1.24б). Расшифровка микроэлектроннограмм и рентгенограмм показала, что после отжига исходно аморфные сплавы никелида титана, обогащенные титаном, при комнатной температуре находятся в нанокompозитном двухфазном состоянии $B19' + Ti_2Ni$ с преобладанием матрицы $B19'$. Увеличение температуры и продолжительности отжига исходных аморфных сплавов Ti-Ni приводит к некоторому росту средних размеров зерен нанокompозитной структуры в сплавах, увеличению их разброса от среднего. Однако в целом она характеризуется высокой термической устойчивостью. Тем не менее чрезмерный отжиг приводит к постепенному охрупчиванию сплавов (свыше 10-15 мин при 500°C, являющейся оптимальной температурой отжига). Данное обстоятельство можно объяснить протеканием при нагреве преимущественно коагуляционных процессов вторичного распада в основном по гетерогенному механизму на границах $B2$ -нанозерен.

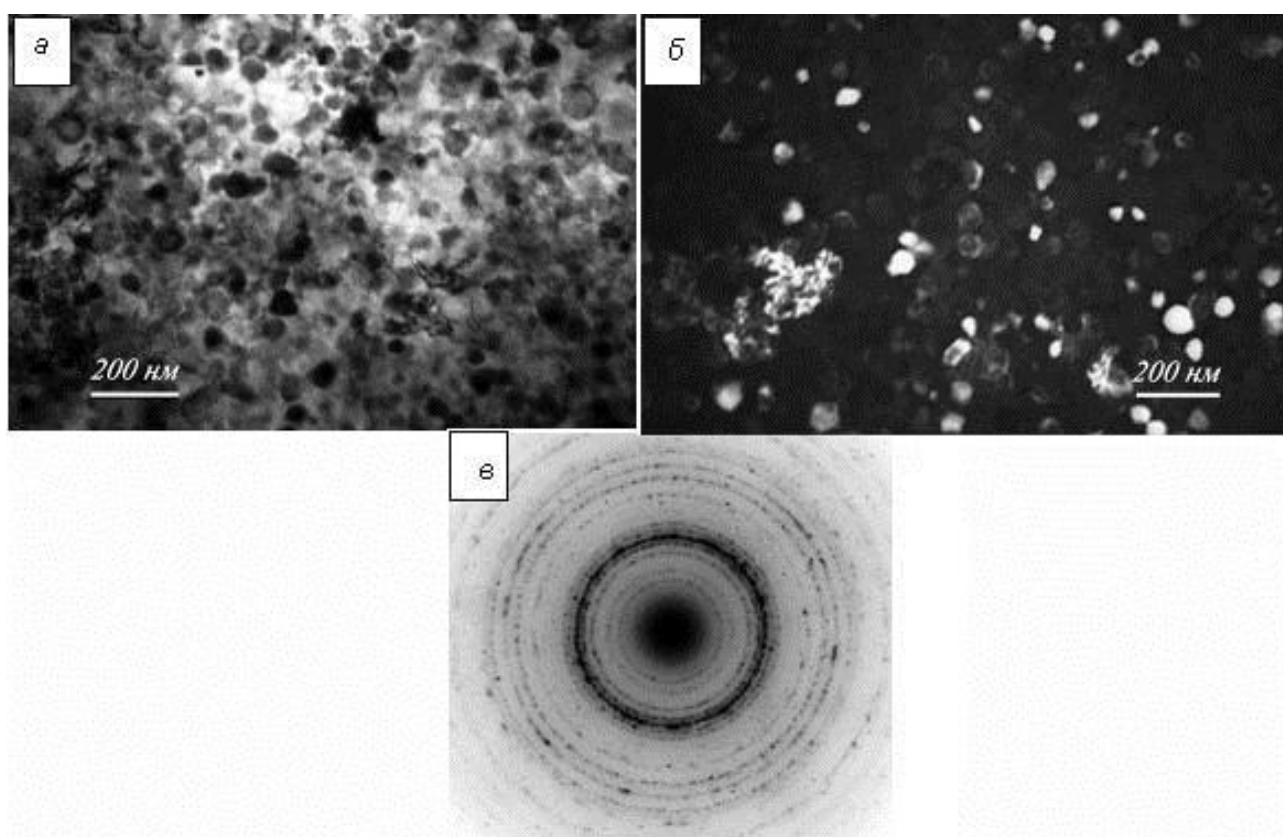


Рисунок 1.24 Типичные электронномикроскопические изображения в светлом (а) и темном (б) полях и соответствующая электронограмма (в) сплава $Ti_{55}Ni_{45}$ в нанокристаллическом состоянии после отжига 500°C, 5 мин

В исходно субмикроструктурных сплавах после СБЗР и отжига морфология В19'-мартенсита преимущественно однопакетная (рисунок 1.25). Она организована из попарно двойникованных кристаллов. Межкристаллитные границы В19'-мартенсита не являются строго плоскими, часто имеют ступенчатую, иногда извилистую форму. В наиболее крупных зернах В19'-мартенсит может образовывать сочленения 2-3 пакетов. Но как правило он присутствует в субмикроструктурных зернах в виде однопакетных ансамблей из нескольких пластинчатых с габитусом по $\{110\}_{B2}$ кристаллов (рисунок 1.25).

Отжиг СБЗР-сплавов Ti-Ni, обогащенных титаном, с содержанием Ti, близким к стехиометрии ($Ti_{51}Ni_{49}$, $Ti_{52}Ni_{48}$, $Ti_{53}Ni_{47}$) при повышенных температурах 450-550°C уже в течение 5 мин приводит к образованию глобулярных выделений Ti_2Ni в B2-матрице сплавов, обогащенных титаном, как по гомогенному (внутри субмикроструктурных B2-зерен), так и в основном по гетерогенному (на их границах) механизмам (рисунок 1.26). Размер зерен варьирует от 0,3 до 1 мкм в зависимости от скорости закалки и состава сплава (возрастает с приближением к стехиометрии).

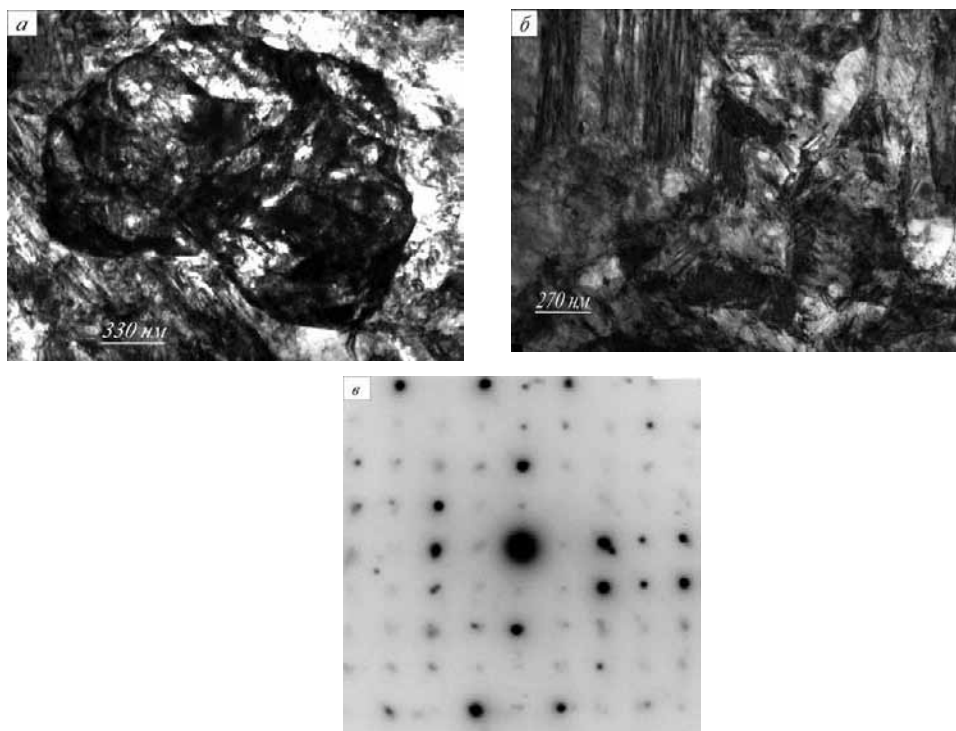


Рисунок 1.25 Электронномикроскопические изображения (а, б) и соответствующая электронограмма (в) сплава $Ti_{52}Ni_{48}$ после отжига 500°C, 5 мин

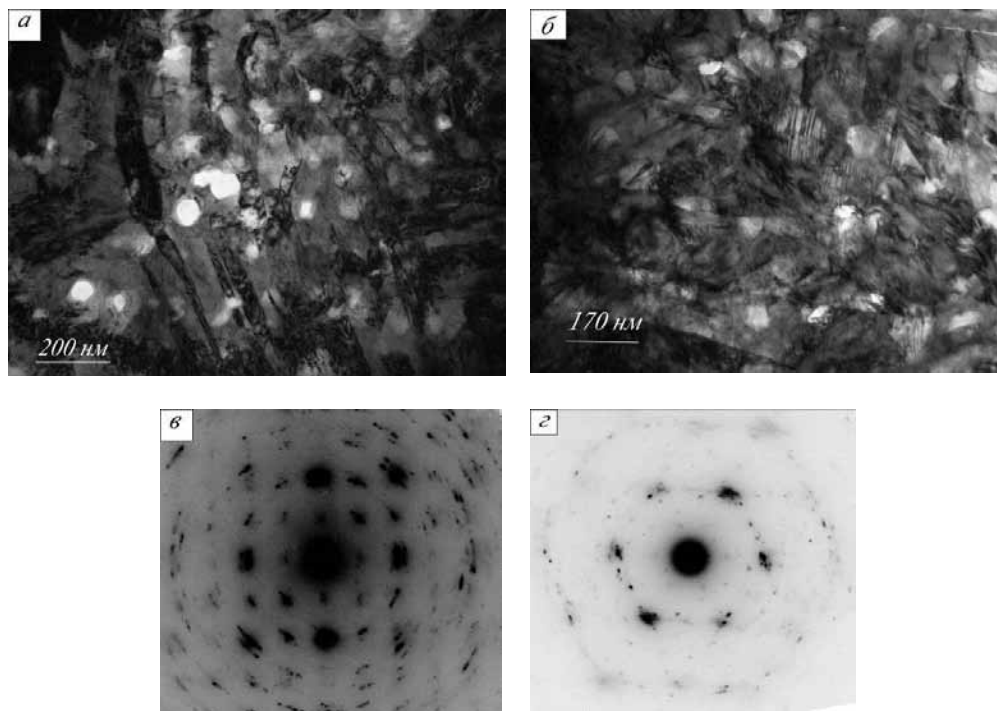


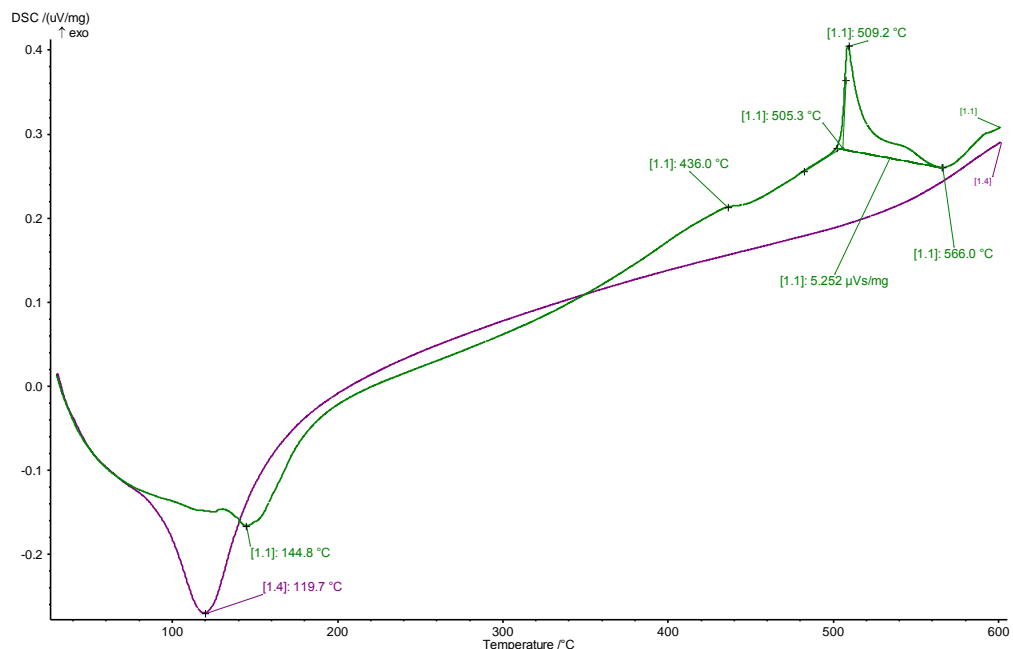
Рисунок 1.26 Электронномикроскопические изображения (а, б) и соответствующие электронограммы (в, г) сплава $\text{Ti}_{51}\text{Ni}_{49}$ после отжига 500°C , 5 мин

Электронно-микроскопическое изучение бинарных СМК-сплавов показало, что после отжига при повышенных температурах их субмикроструктура не претерпевает каких-либо значительных изменений, характеризуясь высокой термической стабильностью по отношению к росту зерен. Основной причиной этого следует, по-видимому, считать, во-первых, протекание интенсивного распада с образованием частиц Ti_2Ni в самом начале отжига и, во-вторых, то, что барьерный эффект зернограничных фаз, коагуляция и растворение которых возможно лишь при весьма высоких температурах в соответствии с диаграммой фазовых равновесий, сохраняется в широком интервале температур.

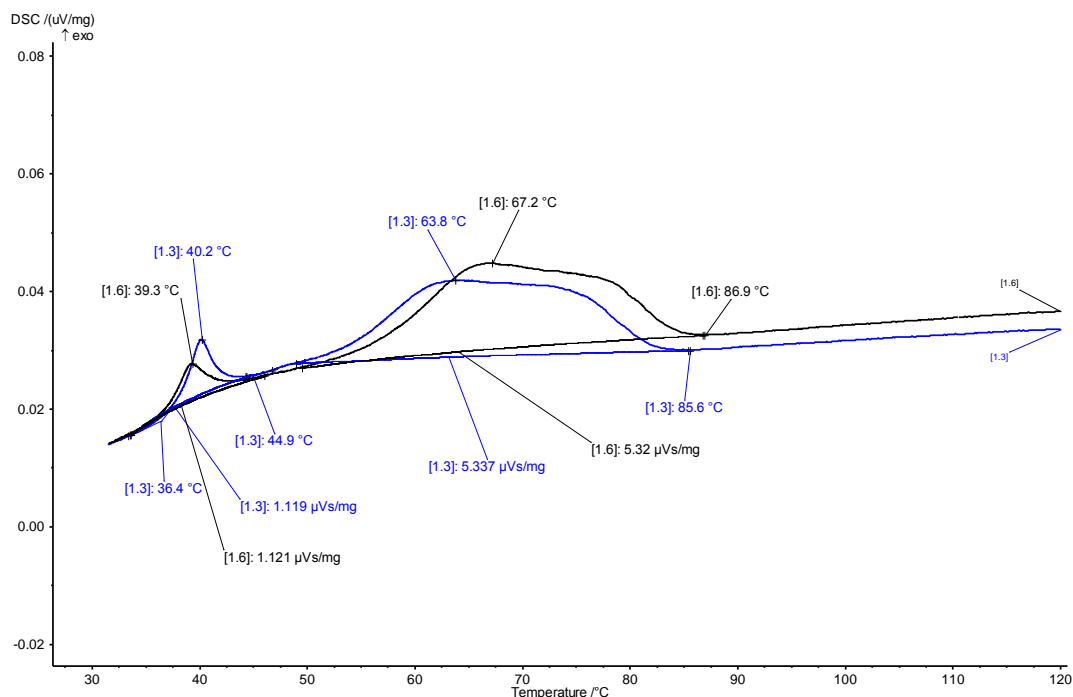
Проведено исследование превращений при нагреве в быстрозакаленных сплавах многокомпонентных сплавах $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{38}\text{Hf}_{12}$, $\text{Ti}_{38}\text{Hf}_{12}\text{Ni}_{50}$, $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$, $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$. Кривые ДСК при нагреве и охлаждении данных сплавов приведены на рисунках 1.27-1.30. Рассмотрим протекающие в них превращения.

В сплаве $\text{Ti}_{38}\text{Hf}_{12}\text{Ni}_{50}$, который имеет в исходном состоянии мартенситно (B19')-аморфную структуру в ходе нагрева мартенситные области, по-видимому, испытывают двухстадийное обратное B19'-R-B2 - мартенситное превращение (рисунок 1.27а). Об этом свидетельствует появление на термограмме двух эндоэффектов в области температур $100\text{--}130^\circ\text{C}$ и $130\text{--}180^\circ\text{C}$ соответственно. При дальнейшем нагреве наблюдаются два экзоэффекта, исходя из сравнения хода кривой 1-го и повторного нагрева с температурами пиков 436 и 509°C соответственно, которые мы связываем, в соответствии с литературными данными [26] с протеканием релаксационных процессов (1-й экзоэффект) и кристаллизации,

фиксируемой при СБЗР аморфной фазы в В2-структуру (2-й экзоэффект). Расчет удельного теплового эффекта превращения кристаллизации по площади под пиком кривой ДСК (указана), умноженной на калибровочный коэффициент (в исследованном температурном интервале 25-600 С колеблется от 1,06 до 1,7) , показал, что он составляет 8,9 Дж/кг.



а

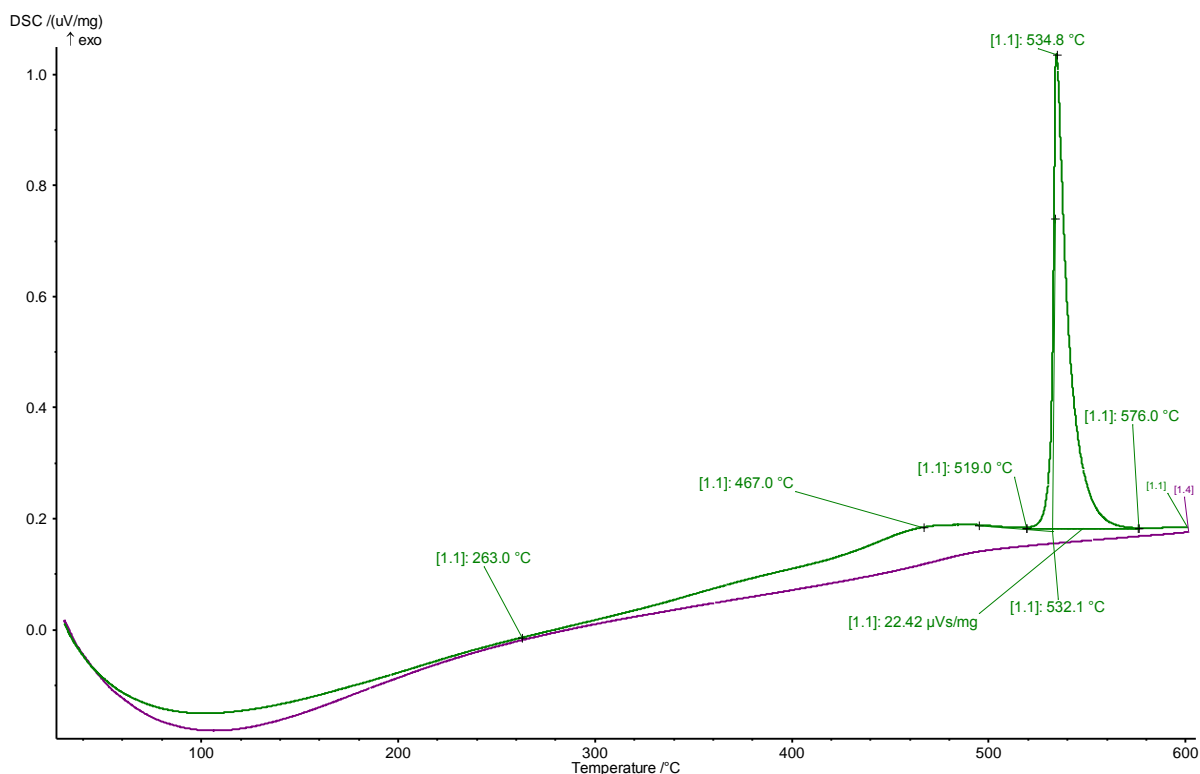


б

1.1 – первый нагрев, 1.4. – второй нагрев, 1.3 - первое охлаждение; 1.6 – второе охлаждение
Рисунок 1.27. Термограммы нагрева и охлаждения сплава $\text{Ti}_{38}\text{Hf}_{12}\text{Ni}_{50}$, полученного СБЗР: а – нагрев, б – охлаждение

При охлаждении закристаллизованного сплава наблюдаются два экзоэффекта в области температур 86-50°C и 45-35°C, очевидно, связанные с протеканием B2-R и R-B19'-мартенситных превращений, имеющие удельный тепловой эффект 5,2Дж/г и 1,05Дж/г соответственно. Как видно наблюдается определенный гистерезис прямого и обратного превращений в сплаве, что может быть связано с различной исходной структурой сплава (аморфно-кристаллическая и кристаллическая) и более низкой скоростью охлаждения в интервале прямого превращения (около 2°C /мин) по сравнению со скоростью нагрева (20°C/мин). При повторном нагреве сплава эндоэффект, связанный с обратным мартенситным превращением оказался более интенсивным и смещенным в область более низких температур (минимум эффекта сместился практически на 25°C – с 145°C до 120°C) (рисунок 1.27 б). Повышение интенсивности эффекта связано с большей объемной долей мартенситных фаз в структуре из-за отсутствия аморфной составляющей, а температурное смещение можно связать с гомогенизацией твердого раствора в ходе первого нагрева. Следует отметить, что формируемое в ходе обратного мартенситного перехода B2-состояние не испытывает превращений при дальнейшем нагреве, а при охлаждении наблюдается прямое мартенситное превращение в близких температурных интервалах, что и при 1-м цикле обработки (рисунок 1.27 б).

В отличие от рассмотренного сплава $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$, где по сравнению с классическим нитинолом $Ti_{50}Ni_{50}$ часть титана заменена гафнием и это не вносит принципиального изменения в характер превращений, в сплаве $Ti_{50}Hf_{12}Ni_{38}$, наоборот часть никеля заменена гафнием, и это существенным образом отражается на характере термограмм нагрева и охлаждения сплава после СБЗР (рисунок 1.28). В данном случае после СБЗР в сплаве отсутствуют мартенситные фазы, есть только аморфная составляющая, фазы - B2, Ti_2Ni , и соответственно при нагреве нет эффектов, связанных с обратным мартенситным превращением, а наблюдается только два экзоэффекта – релаксации и кристаллизации аморфной составляющей в B2-состояние с температурами пиков 467 и 535°C соответственно. Эффект кристаллизации имеет температуру пика примерно на 25°C выше, чем аналогичный у сплава $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$. Из этого можно заключить, что аморфная составляющая в сплаве $Ti_{50}Hf_{12}Ni_{38}$ более устойчивая к началу развития процессов кристаллизации, чем у сплава $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$. Фиксируемое B2-состояние устойчиво к мартенситному превращению при охлаждении до комнатной температуры. Об этом свидетельствует отсутствие соответствующих эффектов на термограмме охлаждения (не приведена) и повторного нагрева (рисунок 1.28). Исходя из этого, можно заключить, что данный сплав не имеет смысла использовать для реализации эффекта памяти формы в области температур выше комнатной, то есть в качестве



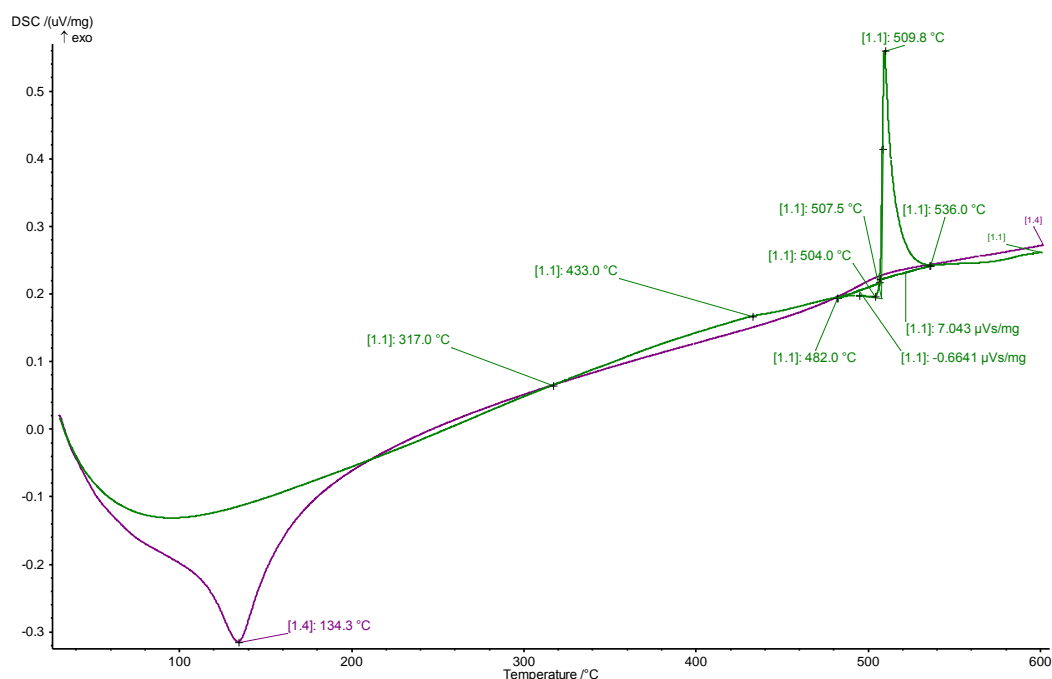
1.1 – первый нагрев, 1.4. – второй нагрев

Рисунок 1.28 Термограмма нагрева сплава Ti₅₀Hf₁₂Ni₃₈, полученного СБЗР

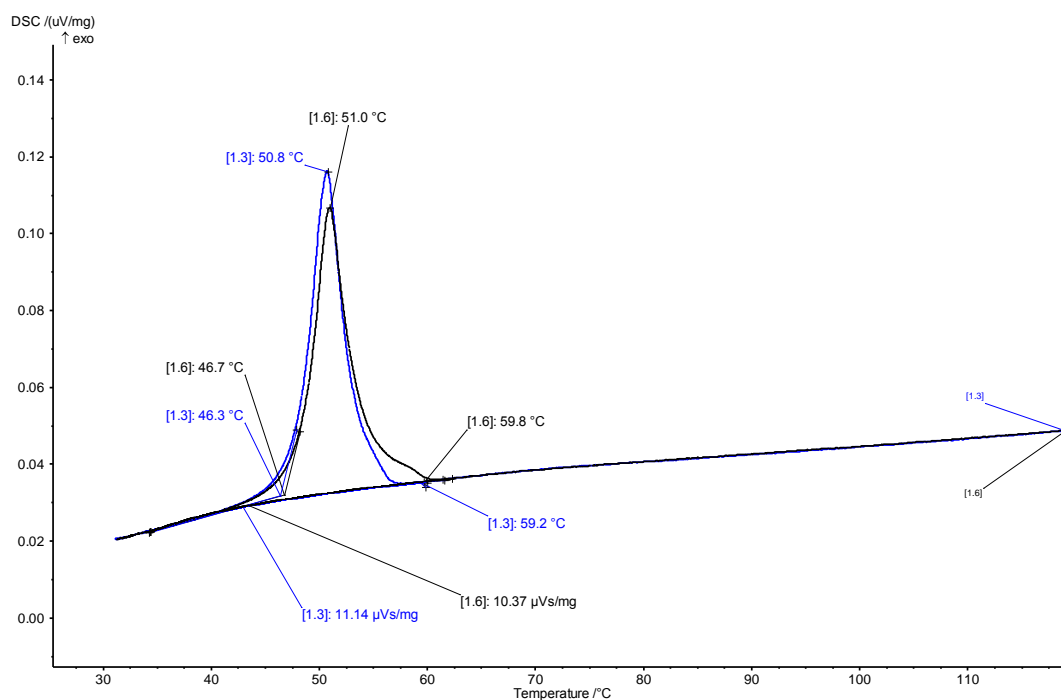
демпфирующего покрытия для турбинных лопаток он вряд ли подойдет. Следует отметить, что величина удельного теплового эффекта кристаллизации по площади под пиком кривой ДСК для данного сплава примерно в 4 раза больше по сравнению со сплавом Ti₃₈Hf₁₂Ni₅₀ (22,4 Дж/кг против 5,3 Дж/кг), очевидно из-за большей объемной доли аморфной фазы в структуре.

В отличие от трехкомпонентных систем в четырех компонентных сплавах Ti₃₂Hf₁₈Ni₄₅Cu₅, Ti₃₂Hf₁₈Ni₂₅Cu₂₅., где в классическом нитиноле Ti₅₀Ni₅₀ часть титана заменена гафнием, а часть никеля – медью, наблюдается некоторое отличие термограмм первого нагрева после СБЗР по сравнению с вышеописанными (рисунок 1.29а, 1.30а). Оно заключается в появлении эндоэффекта между экзоэффектами, связанными с процессами релаксации и кристаллизации. Наблюдаемый эндоэффект, в соответствии с литературными данными [26], может быть связан с протеканием процессов стеклования сплавов перед кристаллизацией и его удельная величина примерно в 10 раз выше у сплава Ti₃₂Hf₁₈Ni₂₅Cu₂₅ - -10,9 Дж/г против -1,1 Дж/г у сплава Ti₃₂Hf₁₈Ni₄₅Cu₅. Следует отметить, что между эффектом релаксации и стеклования наблюдается определенная взаимосвязь – чем больше эндоэффект стеклования, тем меньше релаксационный экзоэффект (рисунок 1.29а, 1.30а). При этом

удельный тепловой эффект кристаллизации у сплава $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$ примерно в 2 раза больше, чем у сплава $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$ (20,3Дж/г и 11,7Дж/г соответственно)



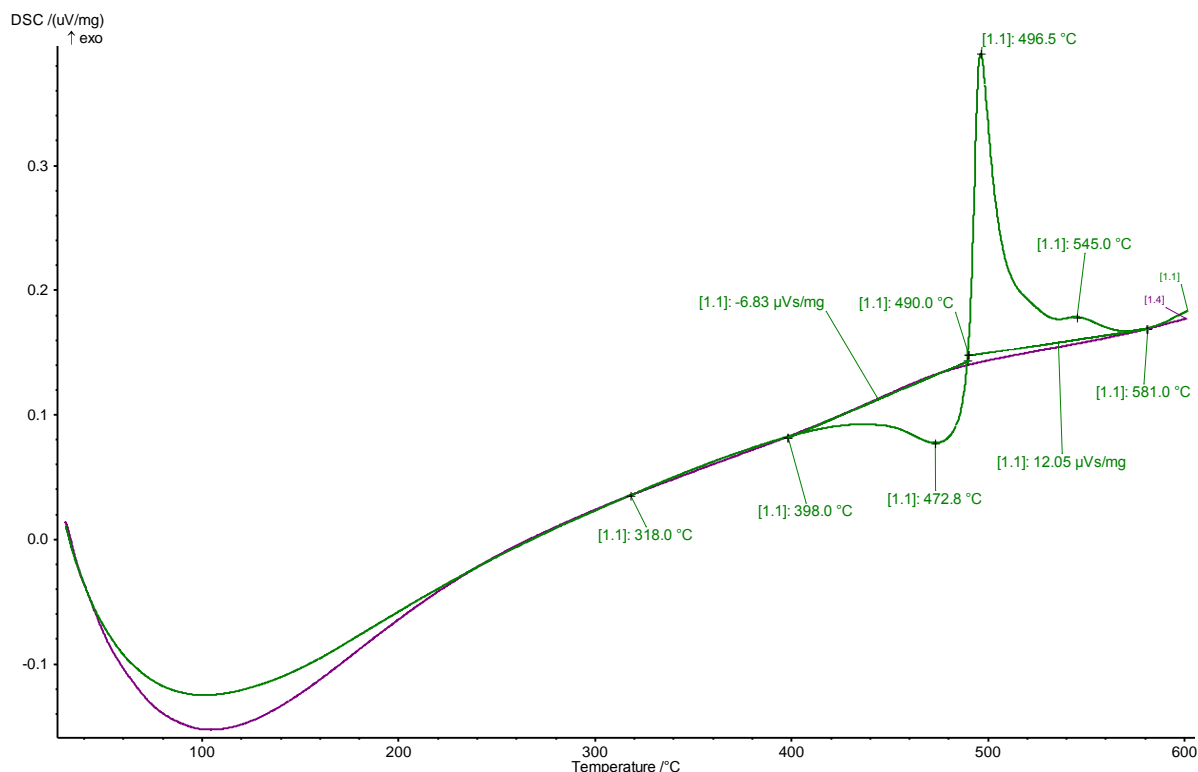
a



б

1.1 – первый нагрев, 1.4. – второй нагрев, 1.3 - - первое охлаждение; 1.6 – второе охлаждение

Рисунок 1.29 Термограммы нагрева (а) и охлаждения (б) сплава $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$, полученного СБЗР: а – 1-й цикл, б – 2-й цикл



1.1 – первый нагрев, 1.4. – второй нагрев

Рисунок 1.30 Термограммы нагрева сплава $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$, полученного СБЗР.

Коме того для сплава $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$, имеющего исходную аморфно-кристаллическую структуру с присутствием B19'-мартенсита, характерно наличие обратимого мартенситного превращения – прямого в интервале 60-46°C с температурой пика 51°C и обратного – с температурой пика 134°C. Средняя удельная величина эффекта обратимого мартенситного превращения составляет около 10 Дж/г. Согласно литературным данным [44] в тройной системе $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$ это превращение связано с обратимым B2-B19' – переходом, правда имеющим более узкий гистерзис (35-20 С – прямой переход и 40-60 С – обратный), а в сплаве с исходно аморфной структурой $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$ каких-либо обратимых превращений в изученном температурном интервале не отмечено. Это согласуется с данными монографии [44], где отмечается, что при концентрациях более 25-28% меди в тройном сплаве TiNi-Cu происходит интенсивный распад B2-фазы с образованием эвтектики (B2+B11) и мартенситное превращение подавляется, а так как гафний аналог титана, то это правило в данном случае распространилось и на более сложную четверную систему. О возможности протекания распада B2-фазы косвенно может свидетельствовать слабый экзоэффект с температурой пика 545 С при первом нагреве СБЗР-сплава.

Для всех изучаемых тройных и четверных сплавов были проведены различные отжиги при 300°C, 400°C, 500°C и 550°C. После каждой обработки были проведены рентгеноструктурные и электронномикроскопические исследования.

Расшифровка данных, полученных при этих исследованиях, хорошо согласуется с результатами калориметрии. Так, отжиг, проведенный при температурах 300 и 400°C при любом времени выдержки не показывает каких-либо значительных изменений в структуре. И данные РСФА и электронной микроскопии практически повторяют результаты исследования исходного состояния (рисунок 1.31, 1.32).

И только отжиг в интервале температур расстекловывания переводит сплавы в кристаллическое состояние. Рентгенструктурные исследования показали, что сплавы $\text{Ti}_{38}\text{Ni}_{50}\text{Hf}_{12}$ и $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$, подвергнутые отжигу 550°C, 10', при комнатной температуре находятся в состоянии В19'-мартенсита.

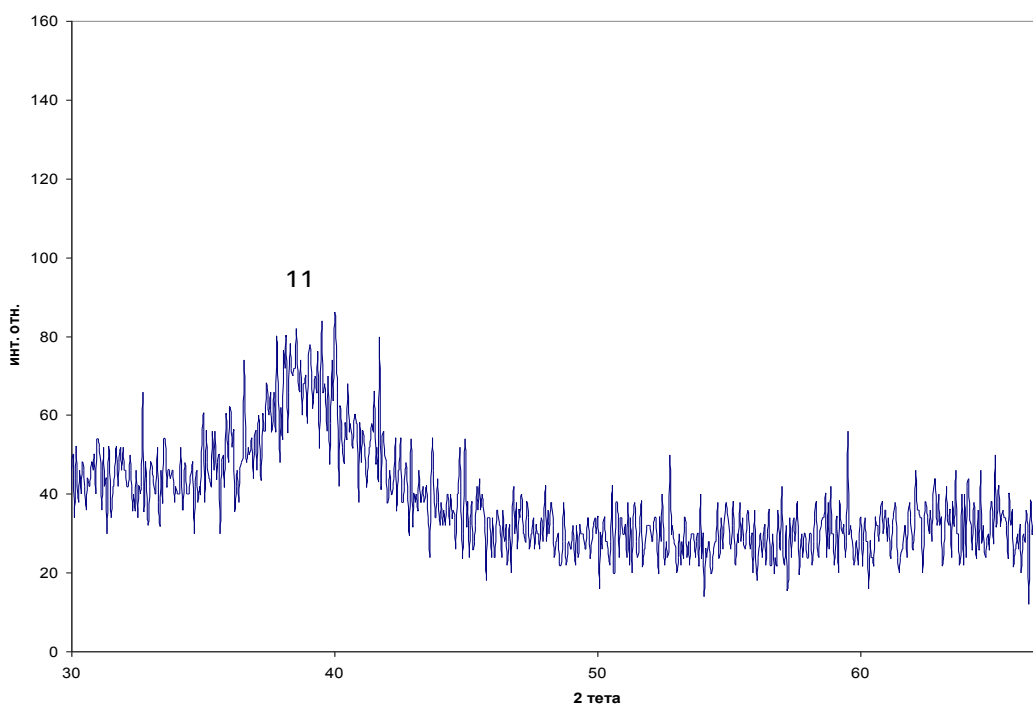


Рисунок 1. 31 Рентгеновская дифрактограмма сплава $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{32}\text{Hf}_{18}$ после отжига 300°C/10'.

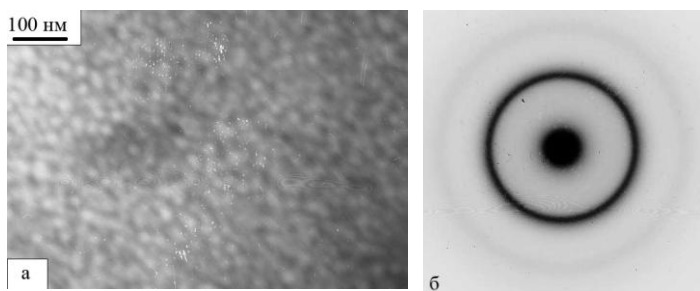


Рисунок 1.32 Электронно-микроскопическое изображения (а) и электронограммы (б) БЗР-сплава $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{25}\text{Cu}_{25}$ после отжига 400°C/10'.

Это хорошо согласуется с данными электронной микроскопии. (рисунок 1.33).

Размер зерна после проведения отжига 550°C, 10' для данного сплава варьирует от 30 до 150 нм. Видно, что кристаллы мартенсита имеют пластинчатую форму и сгруппированы между собой в пакеты параллельных кристаллов-пластин. Кольцевой характер электронограмм (рисунок 1.34) говорит о том, что нанозерна мартенсита имеют различные кристаллографические ориентации. Подобный вид имеет и электронограмма сплава $Ti_{38}Ni_{50}Hf_{12}$ после отжига 550°C/10'.

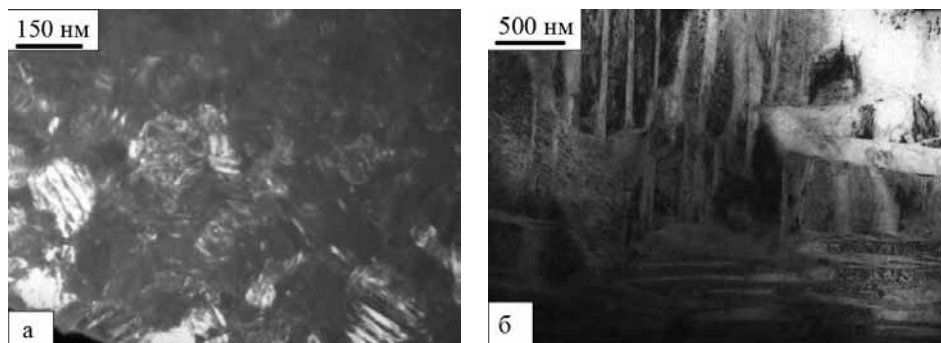


Рисунок 1.33 Электронно-микроскопическое изображения БЗР-сплава $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$ после отжига 550°C/10'.

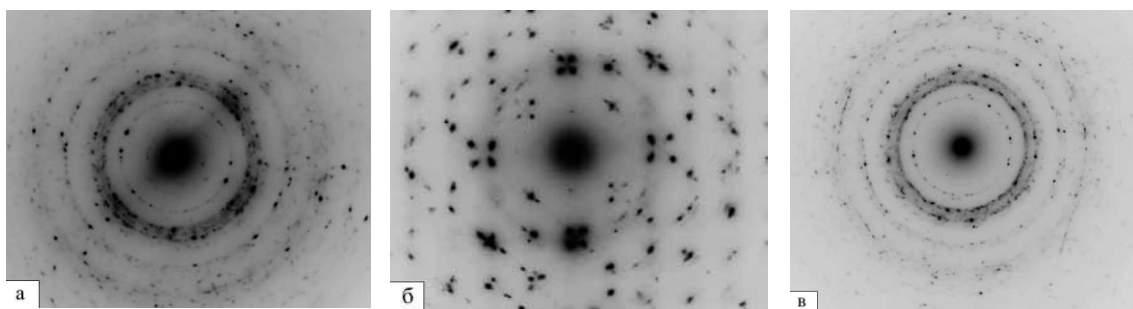


Рисунок 1.34. Электронограммы БЗР-сплавов $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$ (а, б) и $Ti_{38}Ni_{50}Hf_{12}$ (в) после отжига 550°C/10'.

Наличие «крестообразных» сателлитов вблизи рефлексов $B19'$ -мартенсита можно объяснить модуляцией попарно-двойникованных кристаллов мартенсита (рисунок 1.34 б). О преимущественной ориентации таких тонкопластинчатых кристаллов говорит также наличие тяжей.

Сравнительный анализ изменения механических свойств двойных сплавов после СБЗР и отжига в процессе растяжения при комнатной температуре (рисунки 1.22 и 1.35,) показал, что характер кривых отожженных сплавов, имеющих после СБЗР кристаллическую составляющую, не изменяется по сравнению с закаленным состоянием. В сплавах же, имевших только аморфное состояние после закалки, после кристаллизации при отжиге кривые упрочнения существенным образом меняются – наблюдается переход от кривой хрупкого разрушения в упругой области к характерным кривым с псевдоупругой деформацией мартенсита.

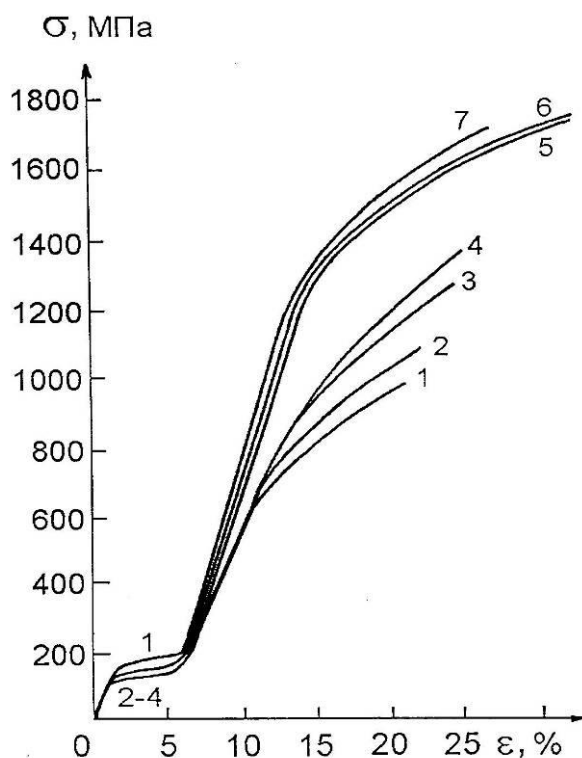


Рисунок 1.35 Механические свойства СБЗР сплавов $Ti_{50}Ni_{50}$ (1), $Ti_{51}Ni_{49}$ (2), $Ti_{52}Ni_{48}$ (3), $Ti_{53}Ni_{47}$ (4), $Ti_{55}Ni_{45}$ (5), $Ti_{58}Ni_{42}$ (6), $Ti_{60}Ni_{40}$ (7) после отжига $500^{\circ}C$, 5 мин

Следует отметить, что данные СБЗР-сплавы, в исходном состоянии и подвергнутые дополнительному отжигу $500^{\circ}C$, 5 мин, имеют различную зеренную структуру. По мере измельчения зерна σ_T возрастает от 600 до 1270 МПа, а σ_B от 980 до 1780 МПа, причем относительное удлинение δ_0 не только не снижается, но и имеет тенденцию к росту от 13% для $Ti_{50}Ni_{50}$ до 20% для нанокристаллических сплавов $Ti_{58}Ni_{42}$ и $Ti_{55}Ni_{45}$ (рисунок 1.35).

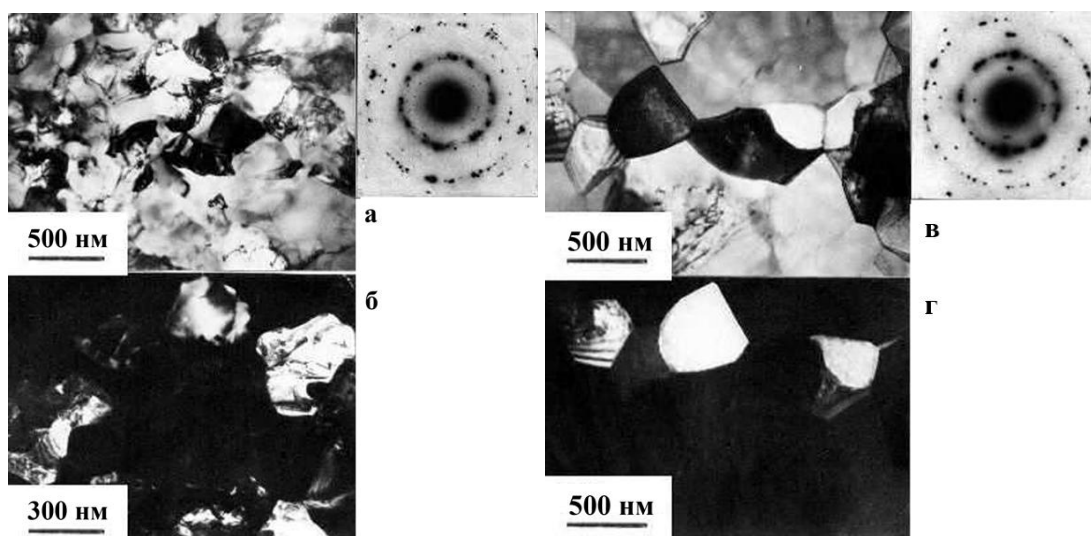


Рисунок 1.36 Светло- (а, в) и темнопольные (б, г) изображения и соответствующие электронограммы сплава $Ti_{49.4}Ni_{50.6}$ после РКУП и отжига при $250^{\circ}C$, 20 мин (а, б) и отжига при $450^{\circ}C$, 20 мин (в, г)

Проведение отжига сплава, подвергнутого РКУП, показало что отжиг 250°C, 20 мин мало изменяет средний размер зерна, но четкость контраста извилистых неравновесных границ становится выше (рисунок 1.36 а, б) и лишь после отжига при 450°C, 20 мин размер зерен несколько увеличился (рисунок 1.36 в, г).

Исследование механических свойств сплавов после РКУП позволило установить повышение предела текучести более чем в 2 раза и предела прочности в 1,5 раза, при превышении свойств памяти формы уровня свойств исходного закаленного состояния (рисунок 1.37).

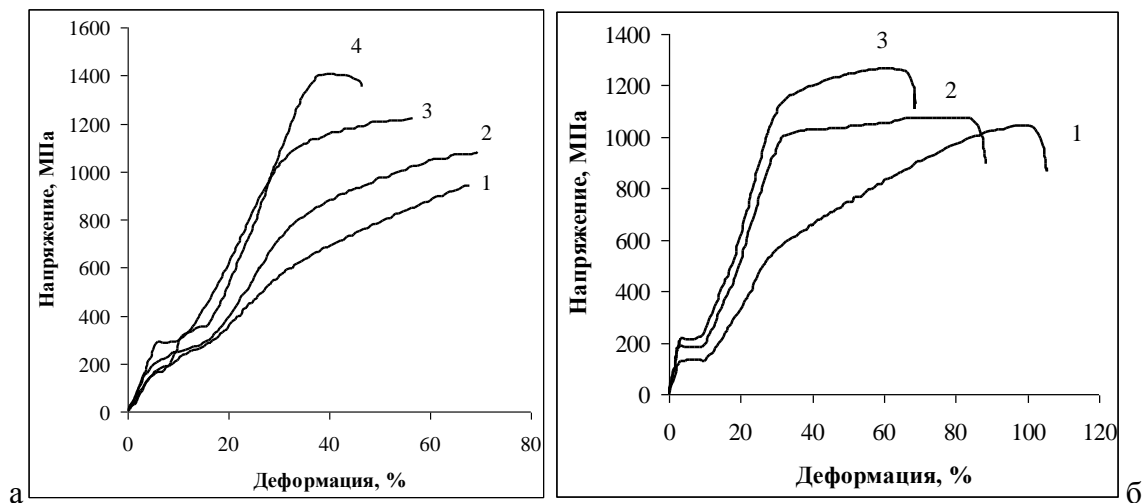


Рисунок 1.37. Кривые напряжение-деформация при растяжении сплава $Ti_{49,7}Ni_{50,3}$ (а) (закаленное состояние (кривая 1); после РКУП при 400°C, 1 (кривая 2), 4 (кривая 3), 12 (кривая 4) проходов) и $Ti_{49,4}Ni_{50,6}$ (б) (закалка, кривая 1; разрывной образец изготовлен вдоль оси прессования, кривая 2; поперек оси, кривая 3)

Экспериментальные результаты показывают, что по сравнению с исходным крупнозернистым состоянием сплав после РКУП действительно приобретает весьма существенный эффект сверхэластичности, близкий по величине к теоретическому. Установлено также, что высокопрочные РКУП-сплавы на основе $TiNi$ с памятью формы обладают большими реактивными усилиями (до 1100-1300 МПа), необходимыми при создании силовых элементов конструкций с памятью формы, наряду с их высокой термомеханической надежностью, долговечностью, коррозионной стойкостью.

Деформационные характеристики ЭПФ в бинарных СБЗР-сплавах, обогащенных титаном, представлены на рисунок 1.38. Видно, что полное восстановление ($S=100\%$) происходит после деформации изгибом γ вплоть до 7-8%. Данное значение обратимой деформации при изгибе хорошо согласуется с величиной псевдоупругой деформации в процессе растяжения $\epsilon_{пу}$. После больших степеней γ (до $\sim 12\%$) величина S снижается в интервале 90-55% в зависимости от концентрации избыточного титана в сплавах (кривые 1-7). Дальнейшее увеличение величины γ приводит к разрушению ленты при изгибе.

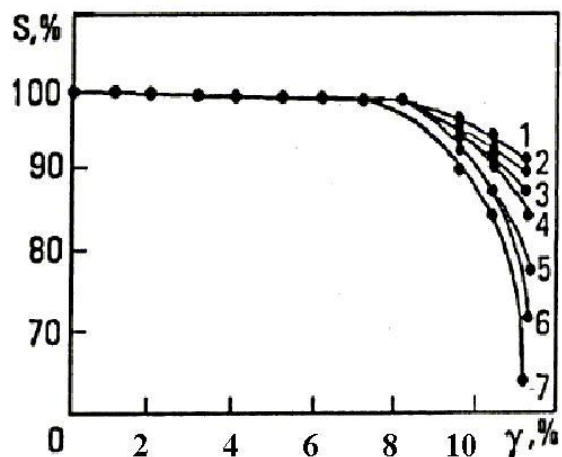


Рисунок 1.38 Зависимость степени восстановления формы S от величины деформации изгибом γ . сплавов $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$ (1), $\text{Ti}_{51}\text{Ni}_{49}$ (2), $\text{Ti}_{52}\text{Ni}_{48}$ (3), $\text{Ti}_{53}\text{Ni}_{47}$ (4), $\text{Ti}_{55}\text{Ni}_{45}$ (5), $\text{Ti}_{58}\text{Ni}_{42}$ (6), $\text{Ti}_{60}\text{Ni}_{40}$ (7) после отжига 500°C , 5 мин.

По результатам измерений критических температур начала и конца прямого и обратного мартенситных $B2 \rightarrow B19'$ переходов, определенных методом пересечения двух касательных на температурных зависимостях электросопротивления $\rho(T)$ бинарных СБЗР-сплавов Ti-Ni после дополнительного отжига 500°C , 5 мин, была построена полная диаграмма мартенситных превращений для СБЗР-сплавов Ti-Ni , обогащенных титаном, после проведения отжига 500°C , 5 мин (рисунок 1.39). Из диаграммы видно, что отожженные СБЗР-сплавы обладают узкогистерезисными эффектами памяти формы в интервале температур $0 - 85^{\circ}\text{C}$.

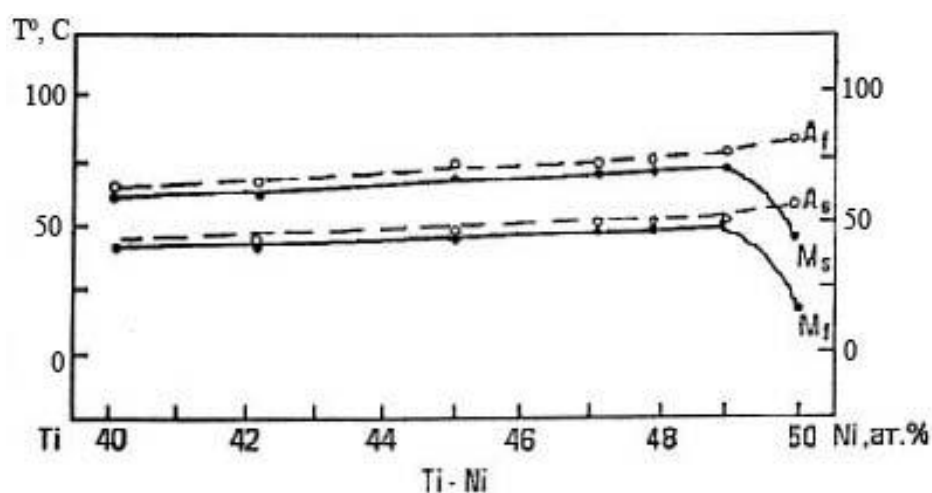


Рисунок 1.39. Полные диаграммы мартенситных превращений $B2 \rightarrow B19'$ в СБЗР-сплавах $\text{Ti}_{60}\text{Ni}_{40} - \text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$, подвергнутых отжигу при 500°C , 5 мин. M_s , M_f , A_s , A_f - температуры начала и конца прямого и обратного мартенситного превращения $B2 \leftrightarrow B19'$.

Таким образом, обобщение результатов проведенных исследований сплавов с памятью формы на основе двойных и многокомпонентных систем на основе никелида титана позволяет при оценке полноты решения поставленных задач заключить, что они решены в полном объеме и результаты соответствуют современному научно-техническому уровню, в частности:

1. Рекомендованная к использованию в данной работе технология получения лент методом СБЗР из двойных сплавов на основе никелида титана при отклонении химического состава от стехиометрии, большем чем на 5%, способствует их аморфизации. Сплавы, примыкающие к стехиометрическому составу $Ti_{50}Ni_{50} \div Ti_{53}Ni_{47}$, даже при предельных скоростях охлаждения расплава $V \approx 10^7$ К/с не аморфизуются, а кристаллизуются с образованием субмикроструктурной зеренной структуры. Данные сплавы испытывают высокообратимое мартенситное превращение $B2 \leftrightarrow B19'$ с образованием однофазной двойниковой субструктуры в СМК-зернах. Они демонстрируют высокие прочностные свойства, хорошую пластичность и эффекты памяти формы, включая спонтанный обратимый. Отжиг в интервале 450-550°C исходных аморфных сплавов обеспечивает их нанокристаллизацию с образованием двухфазной нанокомпозитной структуры ($TiNi + Ti_2Ni$), а в исходных субмикроструктурных сплавах инициирует распад с гетерогенным образованием дисперсных частиц Ti_2Ni в пересыщенной аустенитной B2-матрице. После отжига все изученные сплавы испытывают единственный $B2 \leftrightarrow B19'$ мартенситный переход при температурах выше комнатной температуры, имеют высокие прочностные и пластические свойства (σ_B до 1780 МПа, δ до 20%) и демонстрируют узкогистерезисные эффекты памяти формы.

2. Всестороннее исследование структуры и термической стабильности лент из тройных и четверных сплавов на основе никелида титана ($Ti-Ni-Hf$, $Ti-Ni-Hf-Cu$) после СБЗР показало, что тройных сплавах $Ti_{50}Ni_{38}Hf_{12}$, $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$ после СБЗР при первом нагреве до 600°C могут проходить процессы релаксации и кристаллизации аморфной составляющей (конкретный температурный интервал определяется сплавом), а в четверных $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$, $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{25}Cu_{25}$ и процессы стеклования, кроме того в сплаве $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$ также протекает обратное мартенситное $B19'-R-B2$ превращение при 110-180°C из-за фиксации мартенситной составляющей, наряду с аморфной, при СБЗР.

3. Легирование никелида титана гафнием и медью определяет возможность реализации в них обратимого мартенситного превращения в низкотемпературной области (150-30°C), которое характерно для сплавов $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$, $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$ и не зафиксировано в сплавах $Ti_{50}Ni_{38}Hf_{12}$, $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{25}Cu_{25}$, то есть замена никеля большим содержанием гафния и меди в классическом нитиноле способствует подавлению реализации мартенситного

превращения при температурах выше комнатной, а при замене титана гафнием – аналогом титана такого эффекта не наблюдается. Исходя из этого, целесообразно рассматривать в качестве перспективных сплавов с памятью формы демпфирующих покрытий для турбинных лопаток двигателей нового поколения комплекснолегированные сплавы на основе никелида титана - $\text{Ti}_{38}\text{Hf}_{12}\text{Ni}_{50}$, $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$. При этом сплав $\text{Ti}_{38}\text{Hf}_{12}\text{Ni}_{50}$ характеризуется двухстадийным характером обратимого мартенситного превращения по схеме B2-R-B19', а сплав $\text{Ti}_{32}\text{Hf}_{18}\text{Ni}_{45}\text{Cu}_5$ – одностадийным по схеме B2-B19' и с более низкими температурами перехода.

4. Применение использованной в работе технологии многократного РКУП с промежуточными отжигами для сплавов на основе TiNi обеспечивает получение монолитных объемных высокопрочных наноструктурных прутковых полуфабрикатов с контролируемым размером зерна в весьма малых пределах (от 100 до 500 нм) и высоким комплексом физико-механических свойств ($\sigma_{\text{в}}$ до 1400 МПа, реактивные усилия от 1100 до 1300 МПа), необходимыми при создании силовых элементов конструкций с памятью формы, делающим такие сплавы перспективным авиационным материалом функционального назначения.

1.2.2. Двухфазные сплавы титана

Исходя из анализа литературы, проведенного на 1-м этапе [45] одними из перспективных материалов, обладающих эффектом памяти формы, являются двухфазные сплавы титана мартенситного (сплавы ВТ16, ВТ23) и переходного (сплавы ВТ22, Ti-10-2-3) классов. Эффект памяти формы в этих сплавах реализуется за счет обратимости β - α'' -превращения в условиях деформации и термической обработки. Однако, достаточно полных исследований в этом направлении к настоящему моменту проведено не было. В связи с этим работе на 3-м этапе для отработки технологических режимов термической обработки (закалки), обеспечивающих получение α'' -мартенсита в структуре было рассмотрено влияние температуры закалки на формирование структуры, фазового состава, свойств и характеристик памяти формы в сплаве мартенситного класса ВТ16.

В качестве объекта исследования использовали горячекатаные прутки из сплава ВТ16 (химический состав масс.%– Ti-3,33%Al- 5,18%Mo-4,57%V-0,076%Fe-0,12%O) диаметром 11 мм, полученные по стандартной технологии на ОАО «Корпорация ВСППО-АВИСМА» с окончательной деформацией в $(\alpha+\beta)$ -области и последующим отжигом при 830 °С в течение 1 часа и дальнейшим охлаждением на воздухе. В исходном состоянии сплав имел следующие характеристики: $\sigma_B = 1210...1230$ МПа, $\sigma_{0,2} = 1150...1170$ МПа, $\delta=10...12$ %, $\psi = 48...50$ %. Достаточно высокий уровень прочностных характеристик связан достаточно мелким исходным β -зерном и дисперсными продуктами превращения, а сохранение высокой пластичности обусловлено присутствием в структуре до 20 % мелкой первичной глобулярной α -фазы.

Влияние температуры нагрева под закалку на формирование структуры, фазового состава и физико-механических свойств сплава было изучено в температурном интервале 700...875 °С. Для определения характеристик фаз, фиксируемых при закалке, был использован метод РСФА. Полученные с закаленных образцов дифрактограммы представлены на рисунке 1.40. Анализ дифрактограмм позволил выявить следующие закономерности влияния температуры закалки на фазовый состав сплава ВТ16. В температурном интервале 700...750 °С на дифрактограммах фиксируются только линии α и β -фаз. По мере повышения температуры в этом интервале наблюдается повышение относительной интенсивности линии $(110)_\beta$ по отношению к линиям α -фазы, что свидетельствует об отмеченном выше процессе растворения α -фазы в β -твердом растворе. При этом линия $(110)_\beta$ смещается в сторону меньших углов отражения вследствие обеднения по β -стабилизаторам, это приводит к росту периода β -фазы (рисунок 1.41).

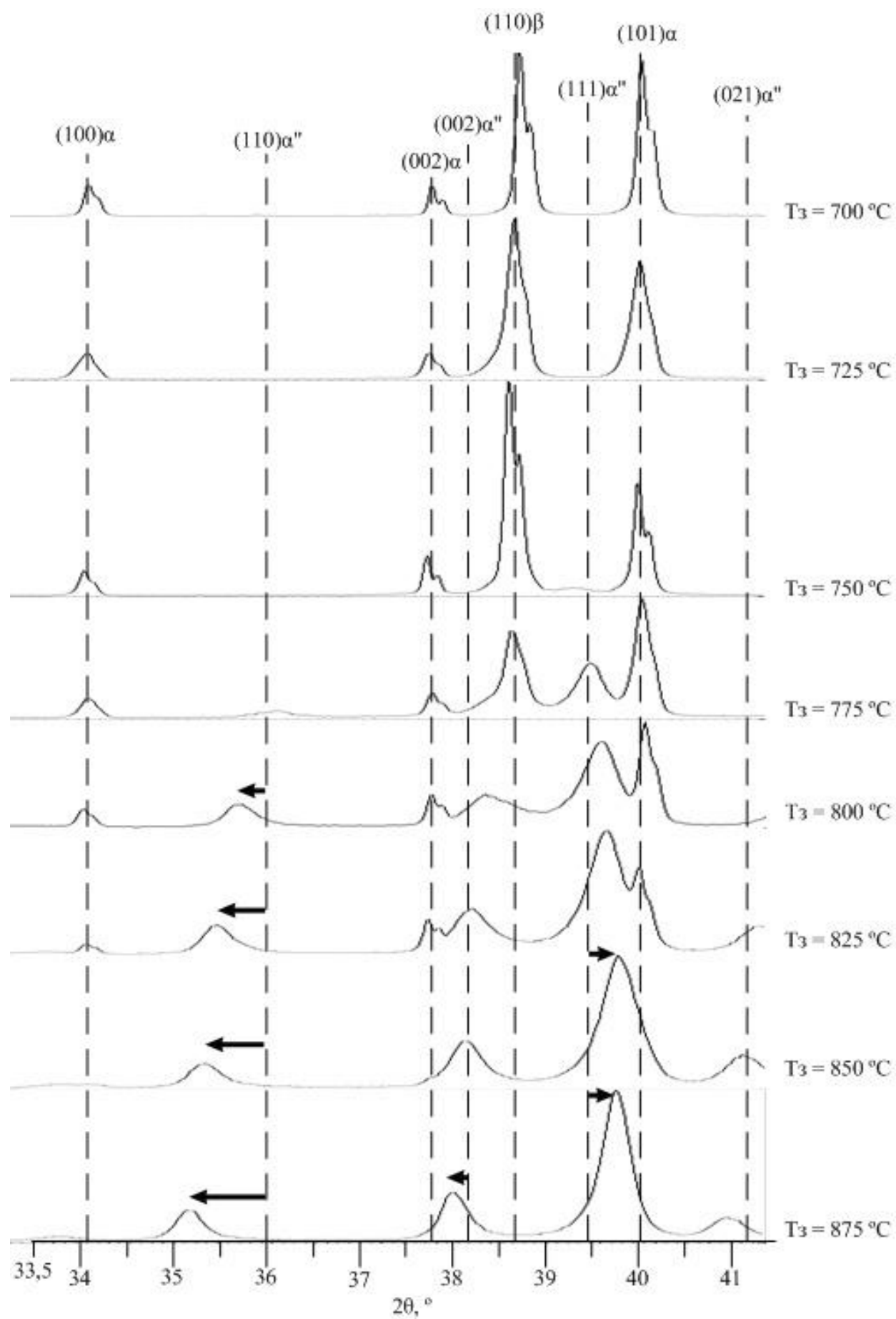
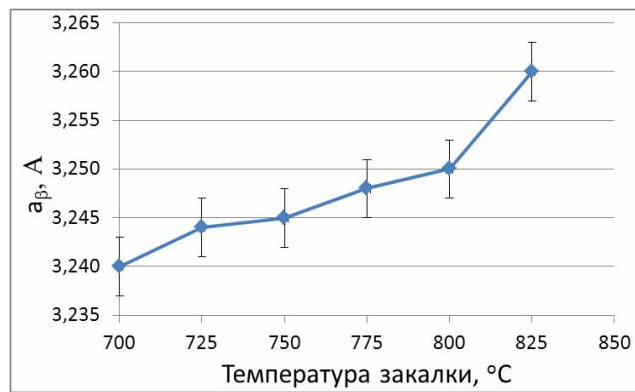
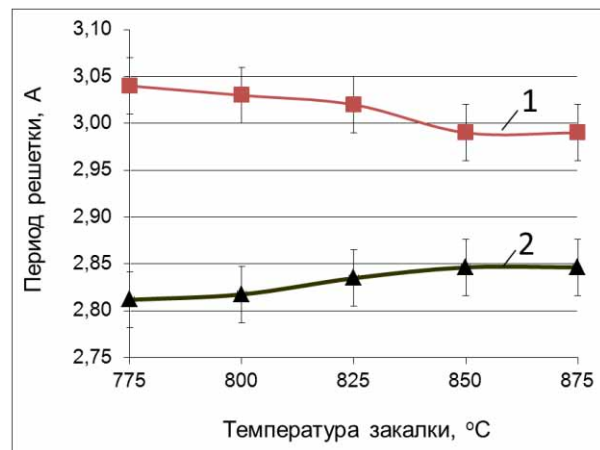


Рисунок 1.40 Дифрактограммы сплава VT16, закаленного с различных температур



а



б

1 - период $a_{\alpha''}$, 2 - параметр $b_{\alpha''}/\sqrt{3}$,

Рисунок 1.41 Изменение параметров кристаллической решетки β -твердого раствора (а), α'' - мартенсита (б) в зависимости от температуры закалки

Начиная с температуры 775 °C на дифрактограммах появляются линии α'' -мартенсита, которые свидетельствуют, что при закалке с 775 °C и выше β -твердый раствор может претерпевать $\beta \rightarrow \alpha''$ - мартенситное превращение. В температурном интервале 775-875 °C рост температуры нагрева способствует закономерному увеличению интенсивности линий α'' -мартенсита и соответствующему снижению интенсивности линий β - и α -фаз. При этом линии β -фазы на дифрактограммах исчезают при температуре закалки выше 825 °C, а α -фазы – выше 850 °C. При $T_z = 875^\circ\text{C}$ на дифрактограмме есть только линии α'' -мартенсита (рисунок 1.40). Можно отметить, что положение линий α'' -мартенсита сильно изменяется в зависимости от температуры закалки, вследствие изменения ромбичности решетки, которая характеризуется разницей параметров $a_{\alpha''}$ и $b/\sqrt{3}_{\alpha''}$. Представленные на рисунке 1.41 б зависимости показывают, что с повышением температуры закалки ромбичность образующегося α'' -мартенсита уменьшается.

По сводным данным РСФА и микроскопических исследований была предложена диаграмма изменения фазового состава в зависимости от температуры закалки (рисунок 1.42), построенная с шагом 25 °С.

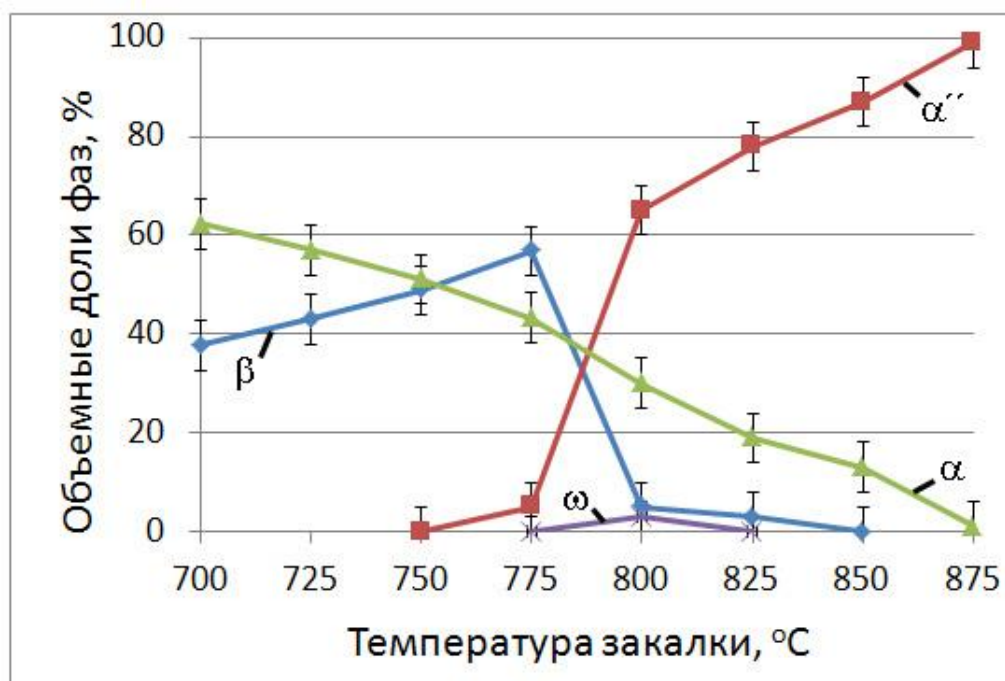
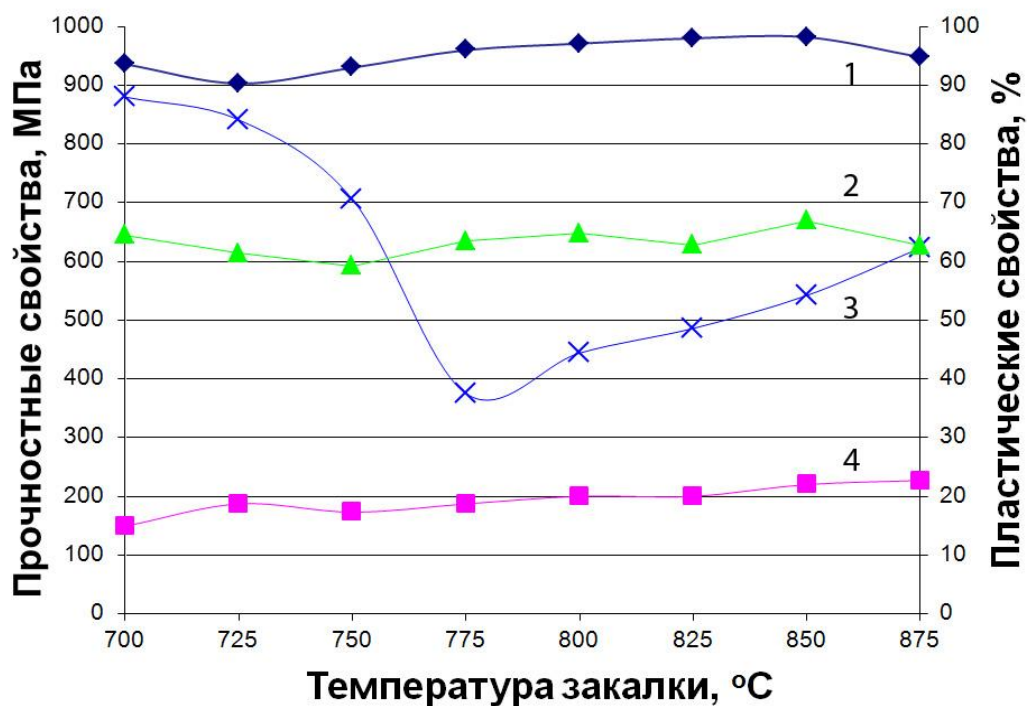


Рисунок 1.42 Зависимость фазового состава сплава ВТ16 от температуры закалки

Из диаграммы видно, что вплоть до $T_3 = 750$ °С в сплаве присутствуют только α и β -фазы. Начиная с $T_3 = 775$ °С β -твердый раствор испытывает $\beta \rightarrow \alpha''$ -превращение при закалке. Изменение объемной доли α'' -мартенсита хорошо коррелирует с литературными данными [46] для близких по K_β сплавам. При ускоренном охлаждении от температуры 800°С наряду с $\beta \rightarrow \alpha''$ - превращением, возможно $\beta \rightarrow \omega$ – превращение. При закалке с температуры выше 850 °С переохлажденный β -твердый раствор полностью превращается в α'' -мартенсит, α -фаза сохраняется в сплаве до температуры закалки 875 °С, что подтверждается данными по электронной микроскопии.

На следующем этапе работы рассмотрено изменение механических свойств в зависимости от фазового состава сплава при закалке (рисунок 1.43). Согласно рисунку 1.43 временное сопротивление разрыву сплава с повышением температуры под закалку изменяется незначительно от 900 МПа при $T_3 = 725$ °С до 990 МПа при $T_3 = 850$ °С. Предел текучести при закалке в интервале температур закалки 700...725 °С также изменяется незначительно. Дальнейшее повышение температуры нагрева под закалку до 750...775°С ведет к резкому снижению предела текучести практически в 2 раза при $T_3 = 775$ °С. В температурном интервале закалок от 800 до 875 °С происходит некоторое повышение

предела текучести, но остается на достаточно на низком уровне по отношению к временному сопротивлению разрыву.

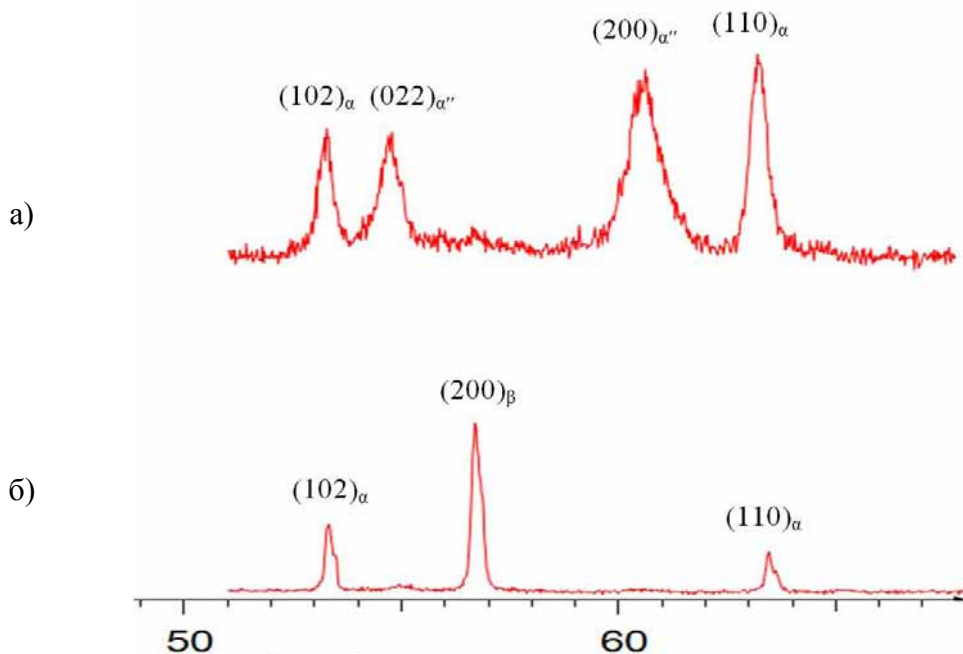


1 – σ_B , МПа; 2 – ψ , %; 3 – $\sigma_{0,2}$, МПа; 4 – δ , %

Рисунок 1.43 Зависимость механических свойств сплава от температуры нагрева под закалку

Наблюдаемый характер изменения механических свойств можно связать с изменением фазового состава сплава в зависимости от температуры нагрева под закалку следующим образом. С повышением температуры нагрева под закалку с 700 до 750 °C увеличивается количество β -фазы в структуре сплава, при этом в ней снижается легированность по молибдену и ванадию, о чем можно судить по увеличению периода β – твердого раствора (рисунок 1.41). В результате этого β -твердый раствор становится менее стабильным и, начиная с температуры закалки 775°C, может претерпевать превращение по мартенситной реакции с образованием α'' -мартенсита деформации при растяжении образца. Это наглядно видно из сравнения дифрактограмм, снятых из различных зон разрывных образцов с $T_3=775^\circ\text{C}$ (рисунок 1.44). В головке разрывных образцов, которая практически не подвергается пластической деформации, в этом случае и после закалки с 750, не наблюдается линий α'' -фазы (рисунок 1.44 б) и присутствуют сильные линии α и β -фаз. В тоже время на дифрактограммах с рабочей части образцов, которая была подвергнута пластической деформации картина кардинально меняется (рисунок 1.44 а). Появляются

линии α'' -мартенсита, а интенсивность линий β -фазы значительно уменьшается, что и свидетельствует о протекании $\beta \rightarrow \alpha''$ -превращения в ходе испытаний на растяжение.



а) $T_3=775^\circ\text{C}$, - область разрыва; б) $T_3=775^\circ\text{C}$ – головка образца

Рисунок 1.44 Дифрактограммы образцов, прошедших испытание на растяжение

Следует отметить: с повышением температуры с 750 до 775°C это процесс протекает более полно, что в свою очередь и приводит к более существенному снижению предела текучести (рисунок 1.43). Представленные результаты являются наглядным подтверждением возможности снижения предела текучести в сплаве ВТ16 за счет деформационно-индуцированного $\beta \rightarrow \alpha''$ -превращения, отмеченном в работе [47]. Кроме того данный эффект может быть использован для обратимого формоизменения, то есть памяти формы.

Таким образом, проведенные исследования показали, что β -твердый раствор сплава ВТ16 оказался механически нестабильным к β - α'' -мартенситному превращению при закалке с температур нагрева 750 - 775°C , а при закалке с более высоких температур β - α'' -превращение протекает непосредственно в ходе закалки и тем полнее, чем выше температура закалки, вплоть до $T_{пп}$. При этом с повышением температуры закалки легированность как β -твердого раствора, так и α'' -мартенсита β -стабилизаторами уменьшается и должно приводить к росту температуры начала и конца мартенситного превращения – M_n и M_k , и соответственно росту температур начала и конца обратного α'' - β -мартенситного превращения (A_n , A_k) при нагреве закаленного сплава. Так как знание последних очень важно при разработке устройств с эффектом памяти формы, которые и базируются на

обратимости мартенситных превращений, то было проведено на 3-м этапе исследование превращений, протекающих при нагреве закаленных сплавов, методами термического и терморентгенографического анализа по которым построена зависимость положения точки начала и конца обратного мартенситного превращения (A_n и A_k соответственно) от температуры закалки (рисунок 1.45). Изменения согласуются с литературными данными по влиянию легированности β -твердого раствора на мартенситное превращение [48].

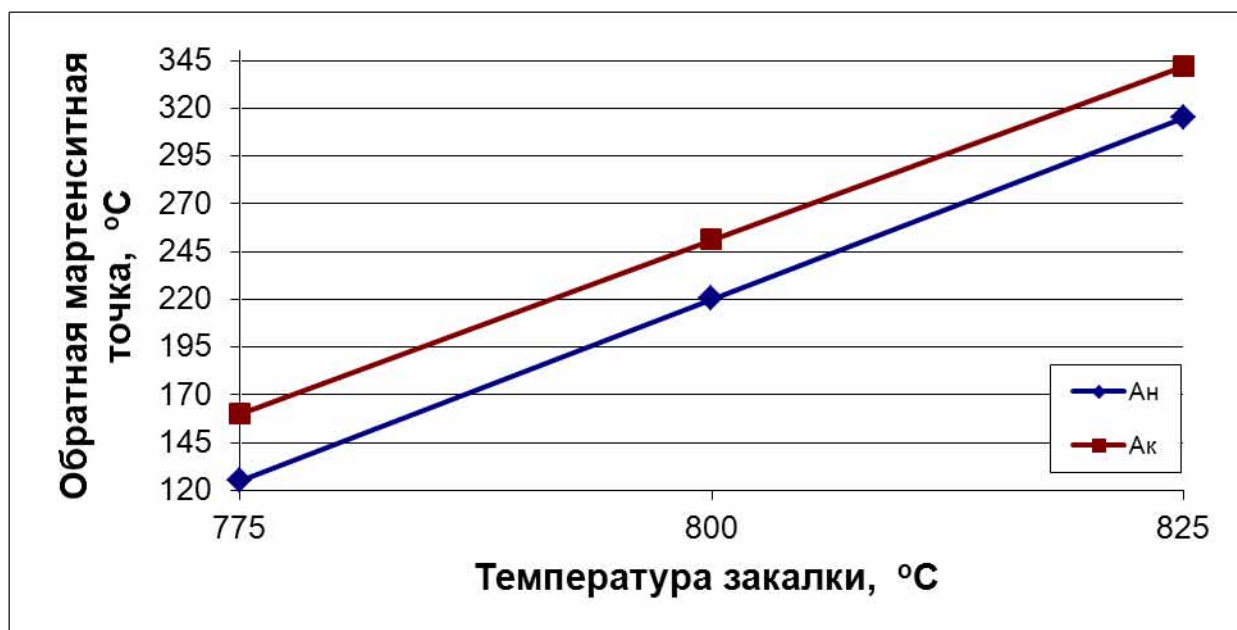


Рисунок 1.45 Изменение точек обратного мартенситного превращения от температуры закалки

Анализ изменения положения точек A_n и A_k с температурой закалки так же позволяет спрогнозировать их положение вне приведенного интервала, так как зависимость практически линейная. Из этой зависимости следует, что точка A_n будет вблизи комнатной температуры (25°C) при температуре закалки в районе 750°C, а при закалке с температуры полиморфного превращения в области 520-530°C. Первое утверждение косвенно подтверждают данные по появлению мартенсита при комнатной температуре при растяжении образца, закаленного с 750°C, описанные выше, а о корректности второго утверждения так же косвенно подтверждают литературные данные [49] о положении точки M_n в районе 500°C у закаленного из β -области сплава ВТ23, имеющего аналогичный со сплавов ВТ16 коэффициент β -стабилизации.

Таким образом, показано, что за счет варьирования температуры закалки от 750 до $T_{\text{пп}}$ в сплаве ВТ16 можно реализовывать обратное мартенситное β - α'' -превращение в широком интервале температур от комнатной до 500-550°C и это может быть использовано при разработке устройств из данного сплава с эффектом памяти формы.

Полученные данные по режимам термической обработки сплава ВТ16, обеспечивающие в нем протекание обратимого мартенситного превращения, были

использованы при разработке устройства с памятью формы функционального назначения, а именно фиксирующего устройства шейки бедренной кости, которое может быть применено при лечении переломов шейки бедренной кости, происходящих в том числе и при авиационных катастрофах.

Вид устройства и его принцип работы представлен на рисунке 1.46.



а



б

Рисунок 1.46 Фиксирующее устройство с инструментом введения и установки (б) и схема работы фиксатора (импланта) при лечении перелома шейки бедренной кости

Основной рабочей частью фиксатора является стержень диаметром 5-6 мм, полученный из прутка сплава ВТ16, в закаленном с определенной температуры состоянии, обеспечивающем память формы запеца «гарпунного» типа на его конце (рисунок 1.47).



Рисунок 1.47. Стержень с зацепом фиксирующего устройства из сплава ВТ16

К стержню крепится цилиндр внутри которого находится компактная высокопрочная пружина из сплава ВТ16, полученная с использованием методов НТМО (смотри отчет за 3-й этап), обеспечивающая активную силу (рисунок 1.46 а) сжатия обломков кости за счет зацепления «гарпуна» в одном из обломков. Наличие такой активной силы позволяет организму в более короткие сроки восстановить место перелома по сравнению с использованием традиционных спонгиозных шурупов, которые к тому же более травматичны. Следует отметить, что в пружине показатель соотношения D/d (внешний диаметр пружины/ диаметр проволоки) меньше 4, и считается, что в этом случае навивка пружины невозможна. Наличие предварительной термообработки (закалки – режим рассмотрен выше) позволило произвести навивку. Полученные пружины показывают усилие 300-500 Н при ходе 12-20 мм. Для оперативного и наименее болезненного введения фиксатора в место перелома используется оснастка, представленная на рисунке 1.46 б. Для успешной работы устройства необходимо, чтобы при введении в кость зацеп-«гарпун» был в сложенном состоянии, то есть плотно прилегал к стержню, а после введения в кость зацеп должен «раскрыться», то есть отойти от стержня и принять форму, показанную на рисунке 1.46 а, чтобы обеспечить прочное зацепление с костью. Такое действие зацепа реализуется за счет действия эффекта памяти формы в закаленном с необходимой температуры сплаве ВТ16 в результате обратимого мартенситного превращения. Его реализация осуществляется следующим образом. Готовый стержень с раскрытым зацепом подвергают операции закалки с температуры в районе 750°C (нагрев необходимо проводить в защитной атмосфере), где в соответствии с данными, приведенными выше, мартенситная точка лежит вблизи комнатной температуры, затем принудительно «сводят» зацепы за счет деформации вблизи 0 °С, вызывая деформационно-индуцированное мартенситное превращение, которое мы

фиксируют при растяжении закаленных с 750°C закаленных образцов, и в таком состоянии стержень вводят в больного. Находясь в организме человека, зацеп разогревается до температуры человеческого тела, что способствует реализации в месте его сжатия обратного мартенситного превращения, которое приводит к раскрытию сжатых зацепов, обеспечивая прочную фиксацию импланта в кости.

Разработанное фиксирующее стержневое устройство (ФСУ), изготовленное с использованием обработанных по рекомендуемым режимам полуфабрикатов из сплава ВТ16 с ЭПФ и в высокопрочном состоянии прошло успешные испытания.

Для оценки эффективности разработанных решений в сравнении с современным научно-техническим уровнем были проведены сравнительные испытания моделей фиксации переломов шейки бедренной кости с помощью рассмотренного выше ФСУ и традиционными тремя 3 большими спонгиозными шурупами АО.

Порядок проведения испытаний: образцы проксимального отдела бедренной кости, перепиливали ножовкой по металлу в области шейки на расстоянии $OA=15\text{мм}$, моделируя переломы под $\angle 75^{\circ}$ к горизонтальной плоскости. Фрагменты одного образца от каждого индивидуума фиксировали с помощью 2 ФСУ, которые проводили на расстоянии OB от нижней точки контакта костных отломков (ТО). Усилие пружины каждого из ФСУ ($F_{1,2}$) составило 300Н. Отломки другого образца фиксировали 3 большими спонгиозными шурупами АО ($S_{1,2,3}$), которые проводили вдоль оси шейки бедра (рисунок 1.48 а,б). К головкам бедренных костей моделей на испытательном стенде и прикладывали циклические нагрузки (P), направленные под $\angle 6-8^{\circ}$ к оси диафиза. Начальную нагрузку 100Н увеличивали на 100Н через каждые 1000 циклов. Регистрировали величину и количество циклов нагрузки, силу пружин ФСУ и величину смещения отломков. Испытания проводили до смещения отломков на 2мм. До и после испытаний выполняли рентгенографию образцов.

Результаты испытаний представлены в таблице 1.9 и на рисунке 1.49.

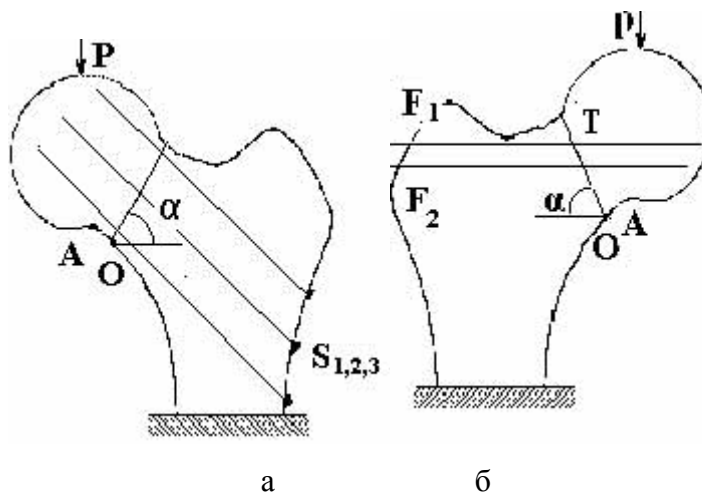


Рисунок 1.48. Схема испытаний

Таблица 1.9 Протокол количества циклов, которые успешно выдержали различные фиксирующие устройства, в зависимости от действующей смещающей нагрузки

Нагрузка, Н	Количество циклов	
	АО	ФСУ
100	1000	1000
200	1000	1000
300	350	1000
400	--	1000
500	--	10

Из полученных результатов можно сделать следующее заключение: при фиксации 3 большими спонгиозными шурупами необратимое относительное смещение отломков на 2мм происходило при циклической нагрузке 300Н (максимальная неразрушающая нагрузка 200Н). Смещение отломков на 2мм у моделей фиксации с помощью ФСУ, наступило при циклической нагрузке 500Н (максимальная неразрушающая нагрузка 400Н), причем имело обратимый характер.

Таким образом, соединение фрагментов перелома с помощью 2 ФСУ выдержало нагрузку 400Н, а 3 большими спонгиозными шурупами АО - 200Н. Это свидетельствует о более высокой эффективности разработанного устройства с элементами из сплава ВТ16 с памятью формы по сравнению с современными спонгиозными шурупами в области остеосинтеза переломов шейки бедренной кости.

1.3. Авиационные материалы на основе жаропрочных титановых сплавов

На предыдущих этапах проекта по данным видам материалов был проведен следующий комплекс работ:

- исходя из анализа литературных данных и результатов собственных исследований, было предложено использовать в качестве перспективного материала при разработке и модернизации двигателей современный жаропрочный псевдо- α - титановый сплав BT18Y и опытные сплавы на его основе;
- осуществлен выбор составов сплавов, сформулированы конкретные направления решения задач по повышению ресурса работы жаропрочных сплавов типа BT18Y разработана методика проведения исследований и основные подходы получения высоких конструкционных и функциональных характеристик;
- предложена технологическая схема обработки опытных сплавов типа BT18Y с использованием электроконтактного нагрева и проведены комплексные исследования микроструктуры, фазового анализа, физико-механических свойств полученных полуфабрикатов.

На заключительном этапе работы проведен обобщенный анализ предыдущих исследований и получены новые экспериментальные результаты, направленные на корректировку режимов обработки исследуемых сплавов.

На первом этапе работы, исходя из анализа литературных данных и собственных исследований по влиянию легирования на комплекс эксплуатационных свойств жаропрочных сплавов типа BT18Y были предложены для исследования следующие составы сплавов (таблица 1.10).

Таблица 1.10. Химический состав жаропрочных титановых сплавов

Сплав	Массовая доля химических элементов, %						
	Ti	Al	Zr	Nb	Sn	Mo	Si
BT18Y-1	основа	6,93	4,26	1,12	2,5	0,7	0,25
BT18Y-2	основа	6,92	4,24	1,16	2,48	0,73	0,10
Сплав 3	основа	5,1	<0,1	0,52	5,84	0,5	0,3
Сплав 4	основа	5,2	6,9	0,49	5,9	0,54	0,31
Сплав 5	основа	6,9	7,0	0,5	3,84	0,51	0,1
Сплав 6	основа	6,9	<0,1	0,51	3,91	0,49	0,3

Первых два сплава были взяты в пределах марочного состава сплава BT18Y, но различались содержанием кремния, который, как известно [50], существенным образом влияет на структуру и жаропрочность данного типа сплавов. Остальные четыре сплава были выбраны таким образом, чтобы рассмотреть влияние основных легирующих элементов

(алюминия, циркония и олова) на формирование структуры, фазового состава и свойств в сплавах с системой легирования аналогичной ВТ18У.

В жаропрочных титановых сплавах характеристики жаропрочности, во-многом определяются возможностью выделения в ходе термической обработки α_2 -фазы [51], которую из-за малой объемной доли и размеров сложно зафиксировать рентгеноструктурным методом. В связи с этим были проведены исследования по отработке методики идентификации фазового состава в исследуемых сплавах с использованием современных методик рентгеноструктурного анализа.

В качестве объекта использовали сплав ВТ18У. Образцы сплава прошли следующую обработку: закалка с температур $T_{\text{зп}}-100$, $T_{\text{зп}}-20$, $T_{\text{зп}}+20$; старение в течение 1 часа при температурах 550, 600, 650, 700 °С. Фазовый состав определялся методом РСФА. Съемка проводилась в K_{β} медном излучении, чтобы исключить K_{α} дублеты. Отфильтровка α -излучения проводилась с помощью энергодисперсионного детектора Sol-X. Для более полного разделения линий использовались щели 0,1 и 0,2 мм в сочетании со щелями Соллера.

Анализ дифракционных линий, находящихся в диапазоне углов 35,5-38,0 (рисунок 1.49) показал, что линия, расположенная при меньших углах диапазона принадлежит мартенситу и имеет большее уширение, чем линия, расположенная на больших углах и соответствующая первичной α -фазе (в случае съемки ниже $T_{\text{зп}}$). Более детальный анализ выявил также наличие третьей линии, расположенной справа – при еще больших углах 2θ . Для анализа таких слабых линий было предложено использование логарифмической шкалы интенсивностей (рисунок 1.49).

В этом случае третья линия представлена в виде «хвоста» и захватывает большой диапазон углов. Очевидно, что области, дифракция с которых формирует эту линию, имеют повышенное содержание алюминия. Отметим, что согласно данным монографии [52], линия 201 α_2 фазы должна быть расположена в месте отмеченном стрелкой на рисунке 1.49. На углах 38° также имеется линия, положение которой близко к сверхструктурному рефлексу α_2 -фазы. Расчеты периодов показали, что этот рефлекс не является запрещенным рефлексом первичной α -фазы, возможность появления которого также стоит учитывать.

Изменение температуры закалки приводит к перераспределению интенсивностей первичной α -фазы с соответствующим смещением линии, в зависимости от содержания алюминия и других легирующих элементов (рисунок 1.49). По мере повышения температуры закалки, интенсивность линии мартенсита повышается при соответствующем снижении интенсивности линии первичной α -фазы. При этом происходит обогащение алюминием как первичной α -фазы, так и α' -мартенсита. В целом можно сказать, что во время

закалки происходит частичное расслоение твердого раствора α -фазы с сопутствующим ему перераспределением легирующих элементов. Линии, расположенные в диапазоне $34,0 \dots 35,5^\circ$ практически повторяют характер распределения линий в диапазоне углов $35,5 \dots 38,0^\circ$. Очевидно, что линия I является линией $(101) \alpha'$ -мартенсита. Линия II - линией (101) первичной α -фазы и линия III также является линией (101) ГПУ-решетки, полученной с обогащенных по алюминию участков и $(201) \alpha_2$ -фазы

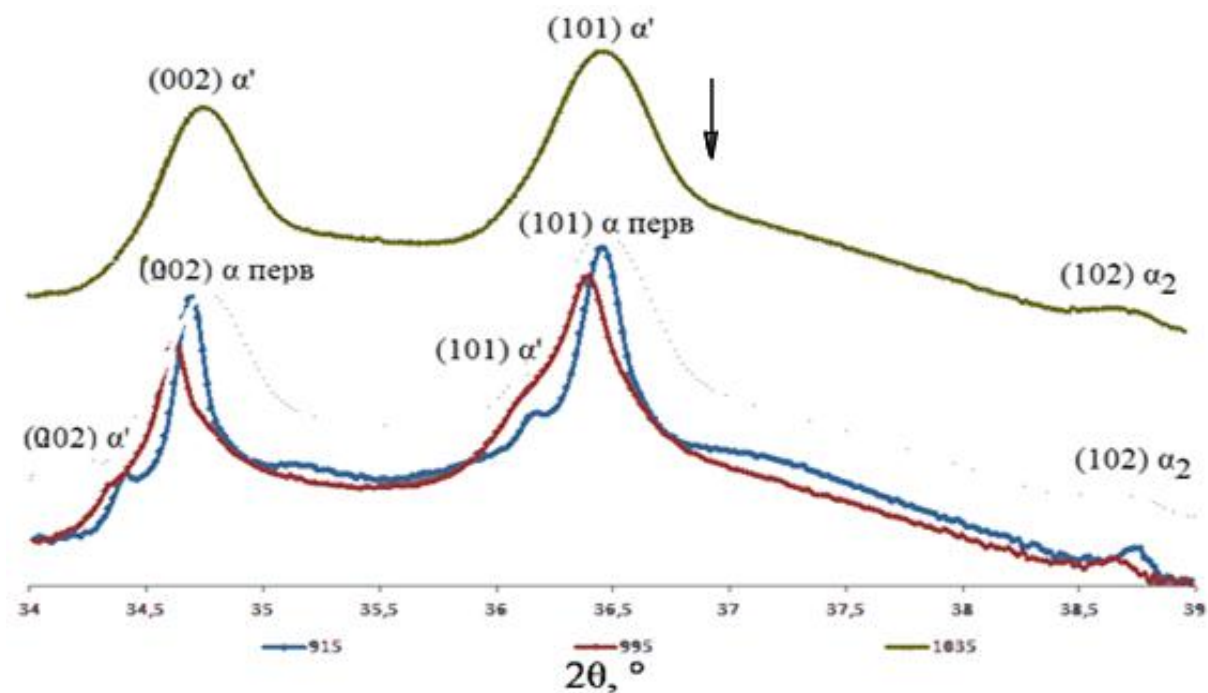


Рисунок 1.49 Дифрактограммы закаленных образцов (логарифмическая шкала интенсивностей)

На дифрактограммах состаренных образцов после закалки с 915°C (рисунок 1.50) обнаружены следующие отличия от дифрактограммы закаленного сплава (рисунок 1.49).

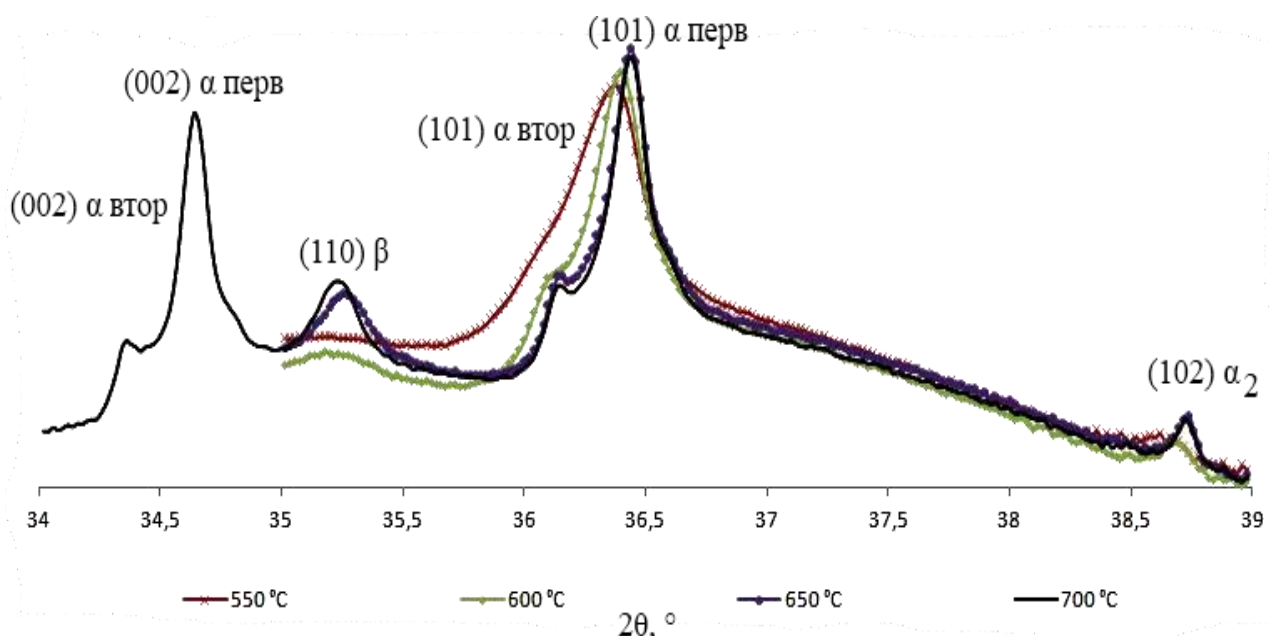


Рисунок 1.50. Дифрактограммы состаренных образцов

Во-первых, появляется линия (110) β -фазы, что соответствует переходу сплава в более равновесное состояние. Во-вторых, заметно уменьшилось уширение линии I, что связано с образованием выделений α -фазы из α' -мартенсита. Линию (201) α_2 -фазы уже можно выделить в диапазоне угла 36,6. Сверхструктурная линия (102) увеличивает свою интенсивность по мере увеличения температуры старения с 550 до 700°C.

Дополнительно методом РСФА были исследованы образцы, подвергшиеся обработке, типичной для изделий из сплава ВТ18У. Охлаждение на воздухе из β -области и старение в течение 100 часов. Анализ дифрактограмм (рисунок 1.51) показал, что также в этих образцах присутствует первичная и вторичная α -фаза, сохраняется линия III. Изменение ее формы протекает в том же направлении, что было указано выше, а именно распределение интенсивности в сторону больших углов. Для расчета периодов решетки были сняты также линии (110) и (102). Поведение линий на всех приведенных участках по сути идентично. Некоторое различие в смещениях обусловлено различием изменений по кристаллографическим направлениям «а» и «с» ГПУ-решетки.

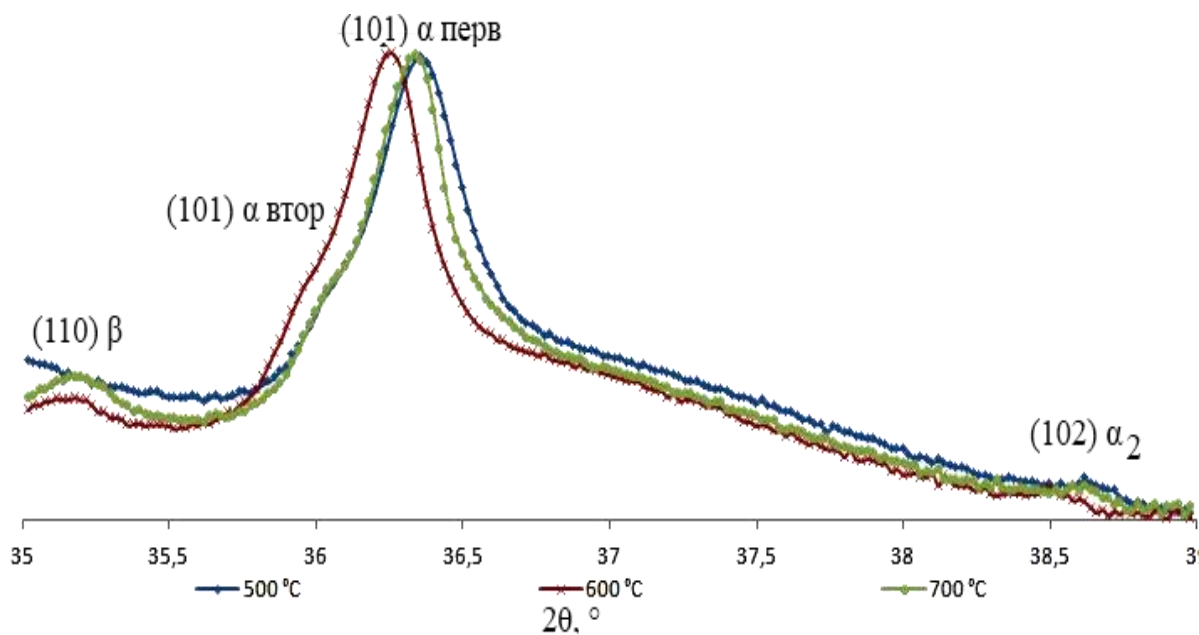


Рисунок 1.51 Дифрактограммы сплава после длительного старения

Проведенное дополнительное электронномикроскопическое исследование (рисунок 1.52) подтвердило, что одновременно в сплаве имеется три состава с ГПУ-решеткой – первичная, вторичная α -фазы и α_2 -фаза, а так же β -фаза. На электронограммах обнаруживаются рефлексы, запрещенные для ГПУ-решетки, а также небольшое дублирование основных рефлексов первичной α -фазы, что свидетельствует о наличии как минимум трех ГПУ фаз с различными периодами.

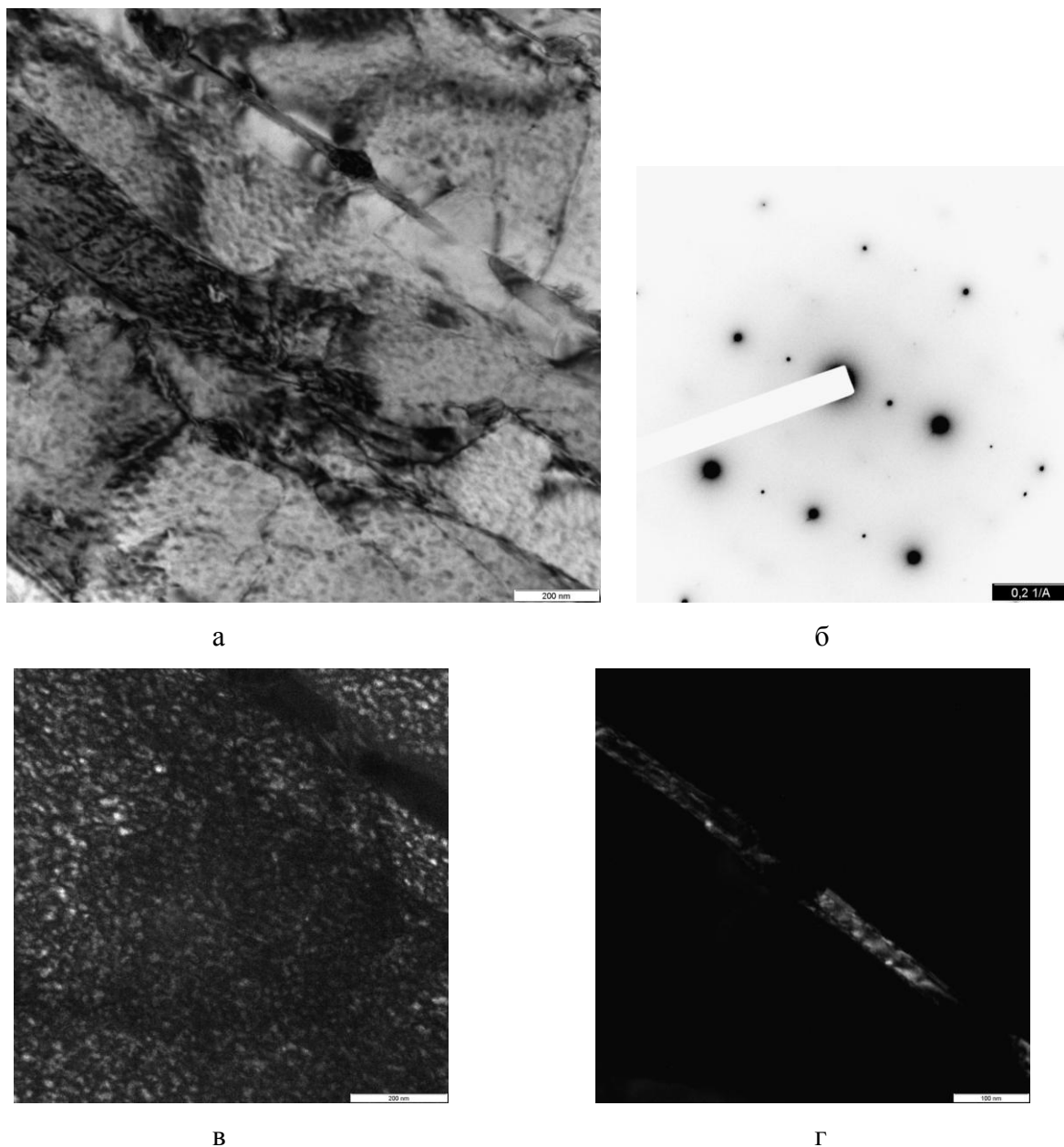


Рисунок 1.52. Микроструктура сплава после старения при температуре 700°C в течение 100 часов: а – светлое поле, б - электронограмма с «а», темное поле с области пластины первичной α -фазы в сверхструктурном рефлексе, г - темное поле в рефлексе $[110]$ β -фазы

Таким образом, полученные результаты наглядно показывают, что предложенное в работе использование β -излучения в совокупности с применением логарифмической шкалы интенсивностей дифракционных линий на дифрактограммах позволяет получить достаточно достоверную информацию о фазовом составе в сплавах типа ВТ18У после термической обработки, включая наличие α_2 -фазы. Это применимо к методике оценки жаропрочности в сплавах по параметрам несоответствия периодов решеток матричной и выделяющихся фаз.

На втором этапе проекта были проведены комплексные исследования микроструктуры, фазового анализа, физико-механических свойств опытных жаропрочных псевдо- α -сплавов (сплавы 3-4) с интерметаллидным упрочнением для получения высоких

конструкционных характеристик, по следующей технологической схеме обработки, включающей высокоскоростной электроконтактный нагрев в β -область:

1. Клеймение прутков перед термообработкой в соответствии с маркировкой.
2. Высокоскоростной нагрев прутков электроконтактным методом до 1150°C.
3. Выдержка при температуре нагрева 30 секунд.
4. Охлаждение с температуры нагрева на спокойном воздухе.
5. Резка части прутков на мерные длины под окончательную термическую обработку
6. Повторное клеймение порезанных образцов
7. Окончательная термическая обработка прутков с нагревом на 500, 600, 700 °C.
8. Выдержка при температуре нагрева в течение 1 часа при 600°C, в течение 10 часов при 500 и 600 °C, в течение 100 часов при 500, 600 и 700 °C.
9. Охлаждение на воздухе
10. Изготовление образцов для микроструктурного и электронномикроскопического исследования и проведения механических испытаний по следующим стандартам:
 - на растяжение при комнатной температуре - ГОСТ 1497-84;
 - на ударную вязкость (КСУ и КСТ) - ГОСТ 9454-78.

Результаты механических испытаний сплавов после электроконтактного нагрева и старения при различных температурах представлены в таблицах 1.11...1.13.

Таблица 1.11 Протокол измерения прочностных характеристик (σ_B и $\sigma_{0,2}$) сплавов

Режим обработки	$\sigma_B/\sigma_{0,2}$, МПа			
	Сплав 3	Сплав 4	Сплав 6	Сплав 5
1150°C - 30 сек - воздух	924/835	1016/905	940/859	994/882
1150°C - 30 сек - воздух +500°C - 10 часов - воздух	910/830	1029/913	922/826	992/900
1150°C - 30 сек - воздух +500°C - 100 часов - воздух	952/875	1039/934	935/857	1020/941
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 1 час - воздух	923/837	1030/914	924/841	1002/908
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 10 часов - воздух	950/875	1046/964	947/878	1036/961
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 100 часов - воздух	968/907	1077/996	980/909	1066/995
1150°C - 30 сек - воздух +700°C - 100 часов - воздух	925/883	1020/903	939/866	1065/949

Таблица 1.12 Протокол измерения пластических характеристик (δ и ψ) сплавов

Режим обработки	δ/ψ , %			
	Сплав 3	Сплав 4	Сплав 6	Сплав 5
1150°C - 30 сек - воздух	13,4/31,4	15,2/30,1	17,2/31,5	15,6/28,6
1150°C - 30 сек - воздух +500°C - 10 часов - воздух	14,8/31,2	15,7/32,5	17,4/31,8	16,8/30,3
1150°C - 30 сек - воздух +500°C - 100 часов - воздух	17,1/27,8	14,8/29,5	18,6/30,1	13,2/20,0
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 1 час - воздух	12,9/32,9	12,5/31,1	16,0/32,1	14,9/28,7
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 10 часов - воздух	14,8/29,7	13,9/27,3	17,3/28,6	11,3/23,5
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 100 часов - воздух	15,5/26,1	9,3/15,4	10,2/17,1	5,1/8,8
1150°C - 30 сек - воздух +700°C - 100 часов - воздух	12,5/21,2	10,0/15,2	14,2/27,8	7,1/10,9

Таблица 1.13 Протокол измерения характеристик ударной вязкости (КСУ и КСТ) сплавов

Режим обработки	Ударная вязкость (КСУ/КСТ), МДж/м ²			
	Сплав 3	Сплав 4	Сплав 6	Сплав 5
1150°C - 30 сек - воздух	0,59/0,51	0,36/0,11	0,67/0,41	0,49/0,22
1150°C - 30 сек - воздух +500°C - 10 часов - воздух	0,70/0,43	0,35/0,09	0,67/0,40	0,47/0,16
1150°C - 30 сек - воздух +500°C - 100 часов - воздух	0,56/0,35	0,33/0,07	0,62/0,3	0,38/0,1
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 1 час - воздух	0,62/0,43	0,31/0,08	0,64/0,34	0,40/0,13
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 10 часов - воздух	0,54/0,34	0,27/-	0,55/0,27	0,32/0,07
1150°C - 30 сек - воздух +600°C - 100 часов - воздух	0,43/0,21	0,2/0,02	0,47/0,18	0,22/0,06
1150°C - 30 сек - воздух +700°C - 100 часов - воздух	0,40/0,23	0,16/-	0,41/0,20	0,14/0,05

Как видно из представленных результатов во всех сплавах старение при 500°C не сопровождается заметным упрочнением и уменьшением вязкостных и пластических свойств.

При более высоких температурах старения в сплаве 3 упрочнение довольно незначительно и оно проявляется в основном при температуре 600°C и выдержке в 100 часов. Прочность по сравнению с исходным состоянием возрастает примерно на 50 МПа, пластичность практически неизменна, а ударная вязкость уменьшается (КСТ уменьшается с 0,51 до 0,21 МДж/м²).

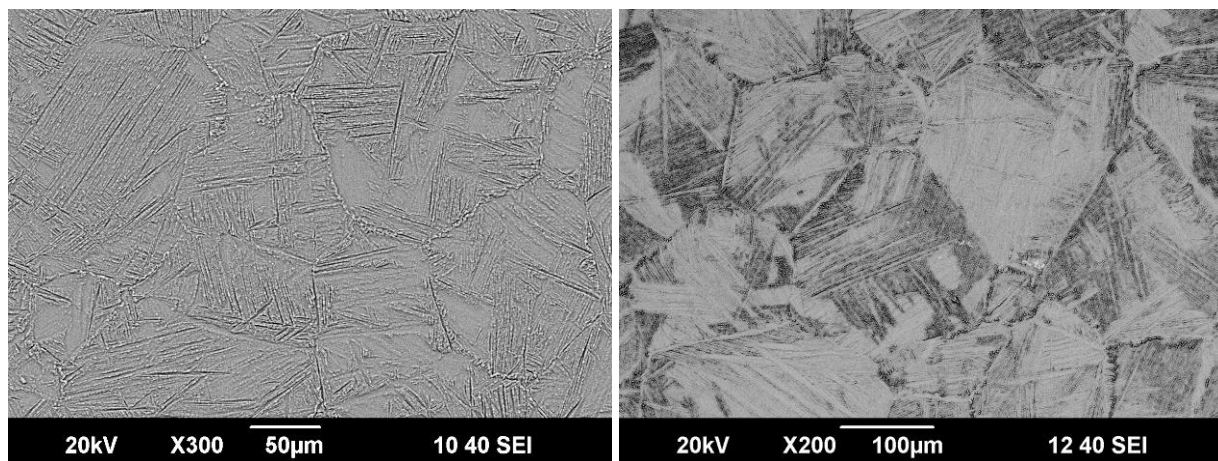
Введение в сплав циркония в количестве 7% (сплав 4) приводит к существенному упрочнению после исходной обработки (нагрев до температуры 1150°C – выдержка 30 секунд – последующее охлаждение на воздухе). Так, прочность увеличивается на 100 МПа при неизменной пластичности, но существенном уменьшении вязкости (КСТ упало с 0,51 МДж/м² до 0,11 МДж/м²). Старение протекает аналогично сплаву 3 с несколько большим эффектом упрочнения ($\Delta\sigma_{\text{макс}} = 60$ МПа), но существенным уменьшением пластичности (с 15% до 9%) и вязкости (с 0,11 МДж/м² до 0,022 МДж/м²).

В сплаве 6 с повышенным содержанием алюминия (7%) тенденции изменения свойств аналогичны сплаву 3 при несколько более высоком значении прочностных свойств (выше примерно на 20 МПа). Однако старение при 500...700°C не приводит к значительному увеличению прочности и уменьшению пластичности и вязкости по сравнению со сплавом 3. Введение в сплав с 7% алюминия циркония в количестве 7% сопровождается изменением свойств аналогичным выше описанному для сплава 4. Однако вязкостные свойства несколько выше, что связано с пониженным содержанием кремния (0,1%) в сплаве 5 по сравнению со сплавом 4 (0,3%).

Таким образом, сравнительный анализ механических свойств показал, что проведение старения в интервале температур 500-700 °C. способствует во всех сплавах незначительному повышению прочностных, снижению пластических и особенно вязкостных свойств за счет, как будет показано ниже, выделения силицидов и алюминидов. Наиболее высокий комплекс прочностных свойств после старения по режиму 600 °C , 100 ч имеет сплав 4, но при этом очень низкие вязкостные свойства, а наилучший комплекс свойств при такой обработке дает сплав 3.

Для выяснения причин такого изменения свойств проведены исследования фазового состава и структуры при старении данных сплавов.

При анализе микроструктуры сплавов установлено, что во всех случаях после заданной обработки и охлаждения на воздухе образуется пластинчатая структура, характерная для двухфазных сплавов, охлажденных из β области на воздухе, с небольшим количеством β фазы (рисунок 1.53).



а

б

Рисунок 1.53 Микроструктура сплава 4 после старения на 700°C (а), сплава 5 после старения на 600°C (б)

При электронно-микроскопическом исследовании установлено, в исходном состоянии сплавов наблюдается неоднородная пластинчатая ($\alpha+\beta$)-структура. В отдельных микрообъемах видны пластины α - и β -фаз с низкой плотностью дефектов внутри них и с совершенными границами раздела внутри них (рисунок 1.54, а, в), а в других наблюдается повышенная плотность несовершенств кристаллического строения (рисунок 1.54, д).

На электронограммах при этом (рисунок 1.54, г) присутствуют рефлексы от α_2 фазы, свидетельствующие о протекании процессов упорядочения в α -твердом растворе. В сплаве 3 пониженным содержанием алюминия без циркония процессов упорядочения в исходном состоянии не наблюдали. Введение в сплав 4 циркония приводит к существенному увеличению количества α_2 частиц в структуре, что проявляется в повышении интенсивности сверхструктурных рефлексов на электронограммах. По всей видимости, помимо твердорастворного упрочнения вследствие введения циркония в твердый раствор именно выделением α_2 фазы и обусловлено повышение прочностных свойств по сравнению со сплавом 3 (σ_B выше на 94 МПа). Увеличение содержания алюминия усиливает развитие процессов упорядочения даже в исходном состоянии.

В состаренном состоянии во всех сплавах также наблюдается пластинчатая ($\alpha+\beta$)-структура (рисунок 1.55).

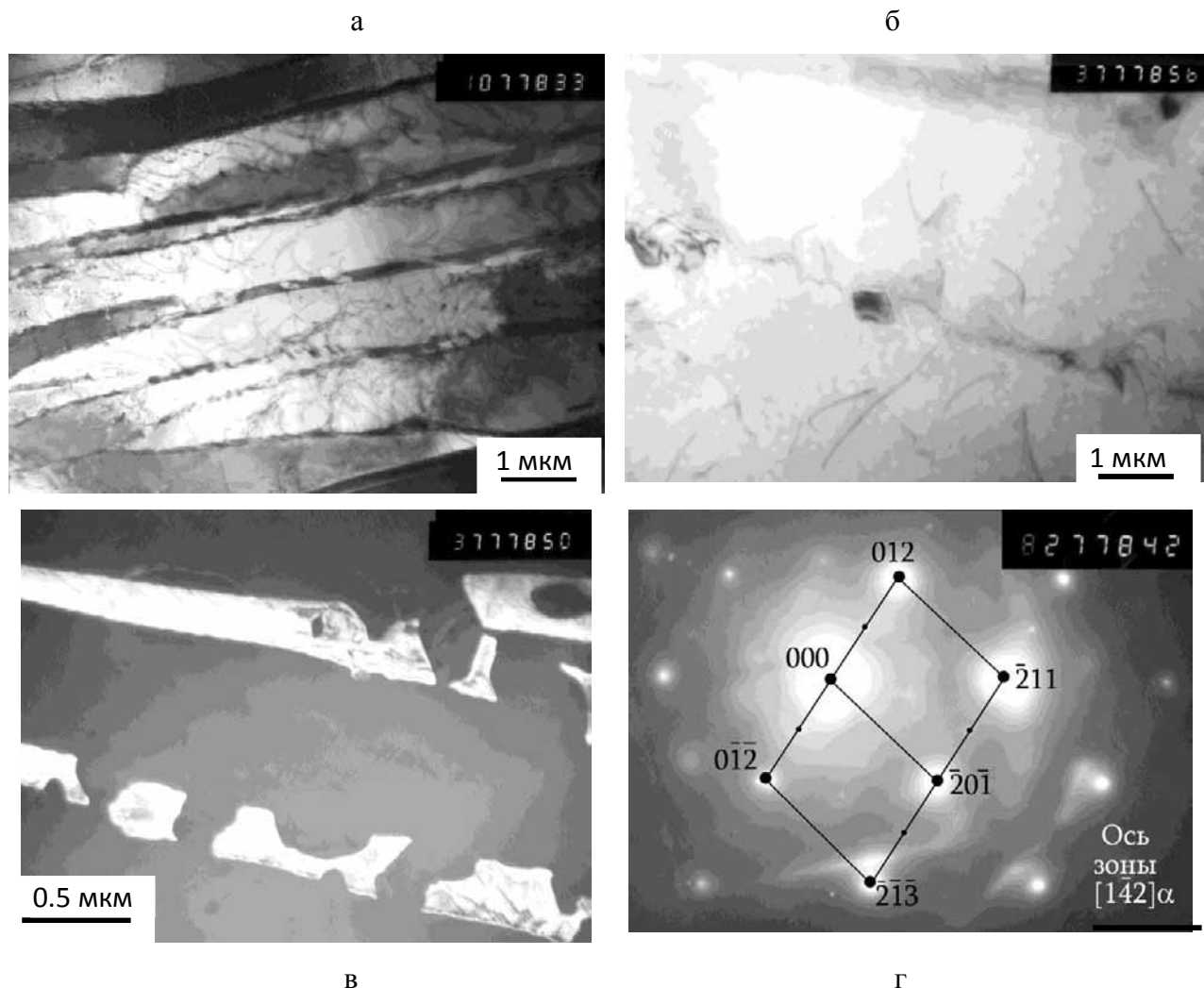


Рисунок 1.55 Микроструктура сплава 3 после старения на 600°C: а, б – светлое поле, в, – темное поле в рефлексе $[110]_{\beta}$, электронограмма

При старении на 600°C сплава 3 β фаза представляет собой отдельные частицы близкие к глобулярным (рисунок 1.55 в), образование которых, по нашему мнению, происходит по схеме, описанной в пособии [53]. Исходный момент этого процесса – возникновение внутризеренных дефектов в виде границ двойников, субзерен и зерен и выход этих границ на плоскую межфазную поверхность. В таких местах выхода граница является термодинамически неустойчивой и образуются тройные стыки границ неравновесной конфигурации. Равновесие достигается образованием канавки на межфазной поверхности, выпуклой в сторону внутреннего дефекта. В результате первоначально плоская поверхность становится извилистой, а движение тройного стыка вдоль внутренней границы может привести к делению β -пластин на отдельные частицы, размеры которых пропорциональны (соответствуют) размерам имеющейся ранее фазы.

На электронограммах (рисунок 1.55 г) при этом также присутствуют рефлексы от α_2 фазы, что говорит о возникающих процессах упорядочения в α твердом растворе в отличие

от исходного состояния, где упорядочения не наблюдается. Расшифровка электронограмм говорит также и о наличии выделений силицидных фаз, а конкретно, силицидов типа S_1 и S_2 . Важной особенностью является то, что силициды S_1 выделяются на межфазных α/β границах со стороны β фазы (рисунок 1.55б), а силициды S_2 находятся в α фазе, но их количество незначительно. По нашему мнению, именно выделением силицидов S_1 и обусловлено понижение ударной вязкости в сравнении с исходным состоянием (КСТ понижается с 0,51 до 0,21 МДж/м²), так как эти частицы, выделяясь по границам раздела, являются концентраторами напряжений и, следовательно, облегчают зарождение и распространение микротрещин.

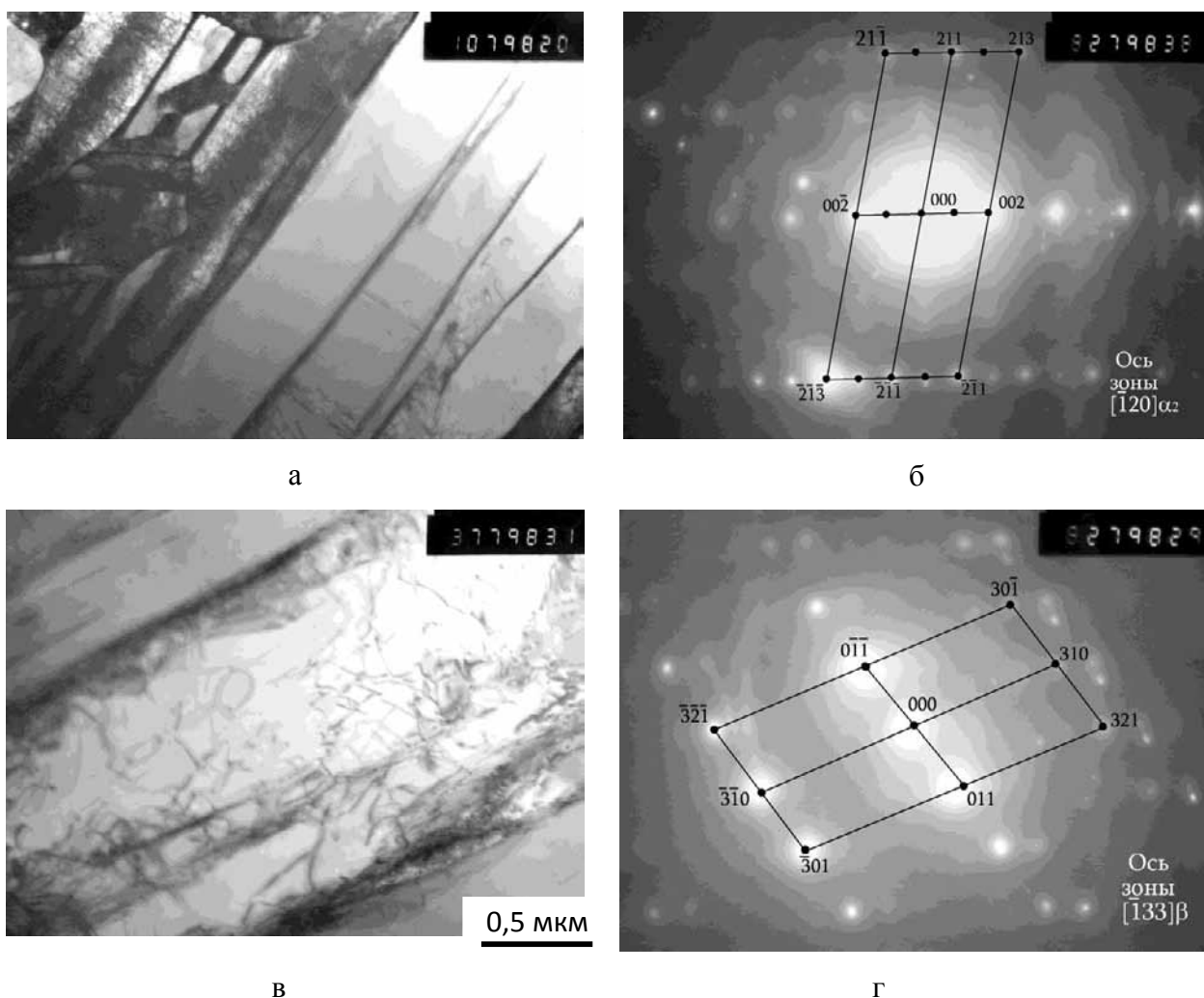


Рисунок 1.56 Микроструктура сплава 4 после старения на 500°C

В сплаве 4 с цирконием при температуре старения 500°C (рисунок 1.56 а) наблюдается большое количество α фазы, представленной в виде пластин. β фаза представлена в виде тонких прослоек. Расшифровка электронограмм говорит о наличии α_2 фазы, что свидетельствует о развивающихся при данной температуре старения процессах упорядочения, которое ярко проявляется в отдельных микрообъемах. По всей видимости, упорядочение в основном наблюдается в областях, обогащенных алюминием и оловом при

формировании исходного неоднородного состояния. В соседних микрообъемах сверхструктурных рефлексов не наблюдается, что говорит о пониженной концентрации в них альфа стабилизаторов (рисунок 1.56 г).

Повышение температуры старения до 700°C сопровождается небольшим увеличением количества β фазы, в которой активно выделяются силициды S_1 (рисунок 1.57 а), а на бывших границах раздела α/β в альфа фазе растут силициды S_2 . Рефлексов от α_2 –фазы существенно меньше, антифазные границы не наблюдаются.

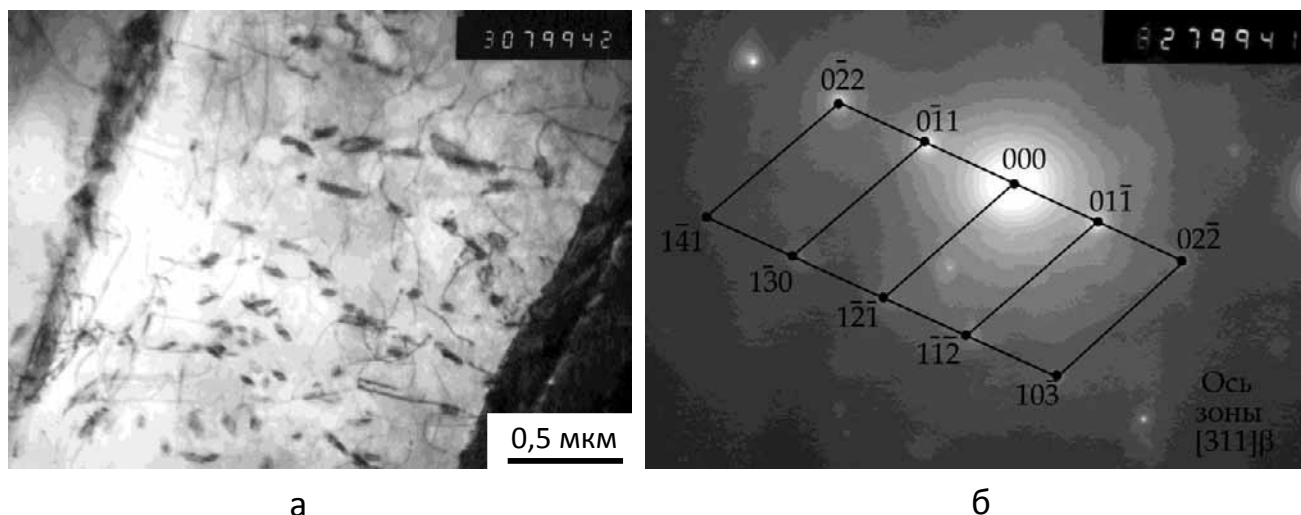
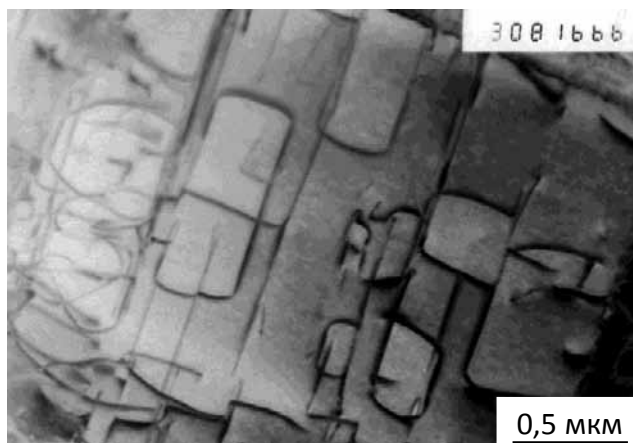
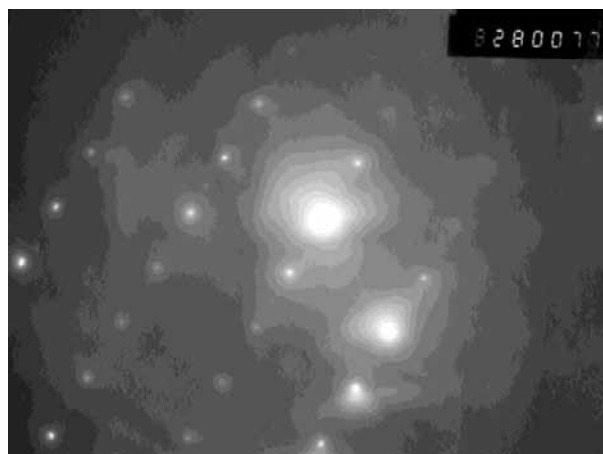


Рисунок 1.57 Структура сплава 4 после старения на 700°C. (а) и электронограмма (б)

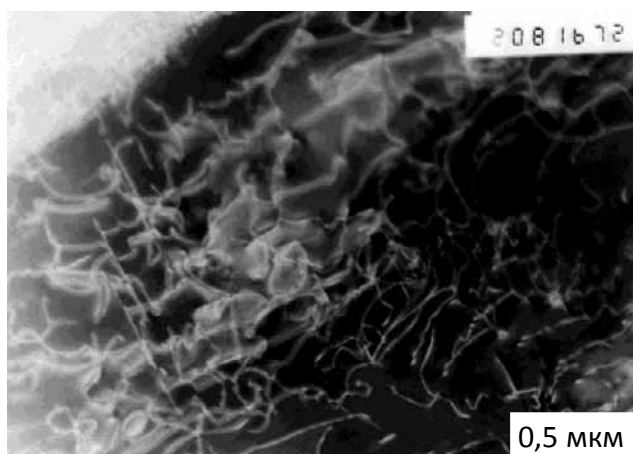
В сплаве 5 после старения на 500°C выдержке в 100 часов наблюдается ($\alpha+\beta$) структура пластинчатого типа с небольшим количеством β -фазы. Никаких выделений силицидов не наблюдается, что, по-видимому, обусловлено низким содержанием кремния (0,1%), которое существенно меньше предельной его растворимости в α -твердом растворе, и достаточно низкой температурой старения. В α фазе протекают процессы упорядочения, которые проявляются в наличии антифазных границ и рефлексов от α_2 фазы (рисунок 1.58). Повышение температуры старения до 600°C приводит к выделению небольшого количества силицидных частиц по β -прослойкам (рисунок 1.59, а). Расчет электронограмм показывает, что эти частицы соответствуют структурной формуле S_1 . β фаза светится в рефлексе $(200)_\beta$ и ее морфология аналогична выше описанной (см. рисунок 1.55, в, г). Рефлексов от α_2 -фазы меньше, чем после старения при 500°C, антифазные границы наблюдаются в отдельных микрообъемах.



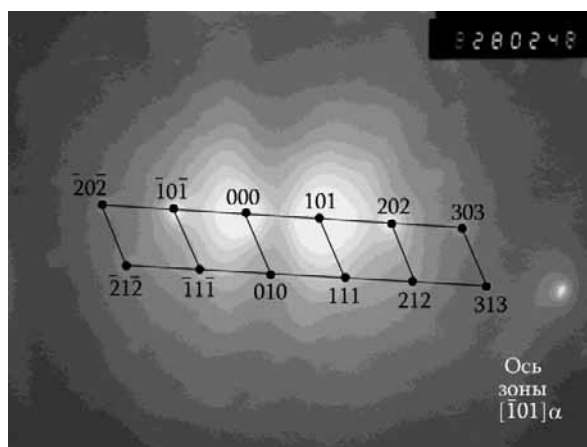
а



б



в



г

Рисунок 1.58 Микроструктура сплава 5 после старения на 500°C, (а) – темнопольное изображение, (в) – светlopольное изображение

Старение сплава 5 при 700°C сопровождается активным образованием α_2 -фазы в α -пластинах. Частицы хорошо разрешаются на темнопольных микрофотографиях, полученных в рефлексах α_2 -фазы (рисунок 1.60, а). Силицидные частицы также наблюдаются по границам раздела в β -фазе и их размер несколько больше, чем после старения при 600°C (рисунок 1.60, в). Расчет электронограмм показывает, что силициды относятся к структурному типу S_1 (рисунок 1.60, д, е). Темнопольное изображение представлено на рисунке 1.60, в, и электронограмма с него (рисунок 1.60, г) получена в рефлексе $(102)\alpha_2$. Т.к в этом рефлексе светятся и частицы силицида и α_2 , то естественно предположить, что в этом месте на электронограмме находятся два рефлекса с межплоскостным расстоянием 0,289 – 0,290 нм. Исходя из табличных данных, только у тетрагонального силицида есть линия с таким межплоскостным расстоянием, следовательно, мы можем считать, что на снимках присутствуют силициды типа S_3 .

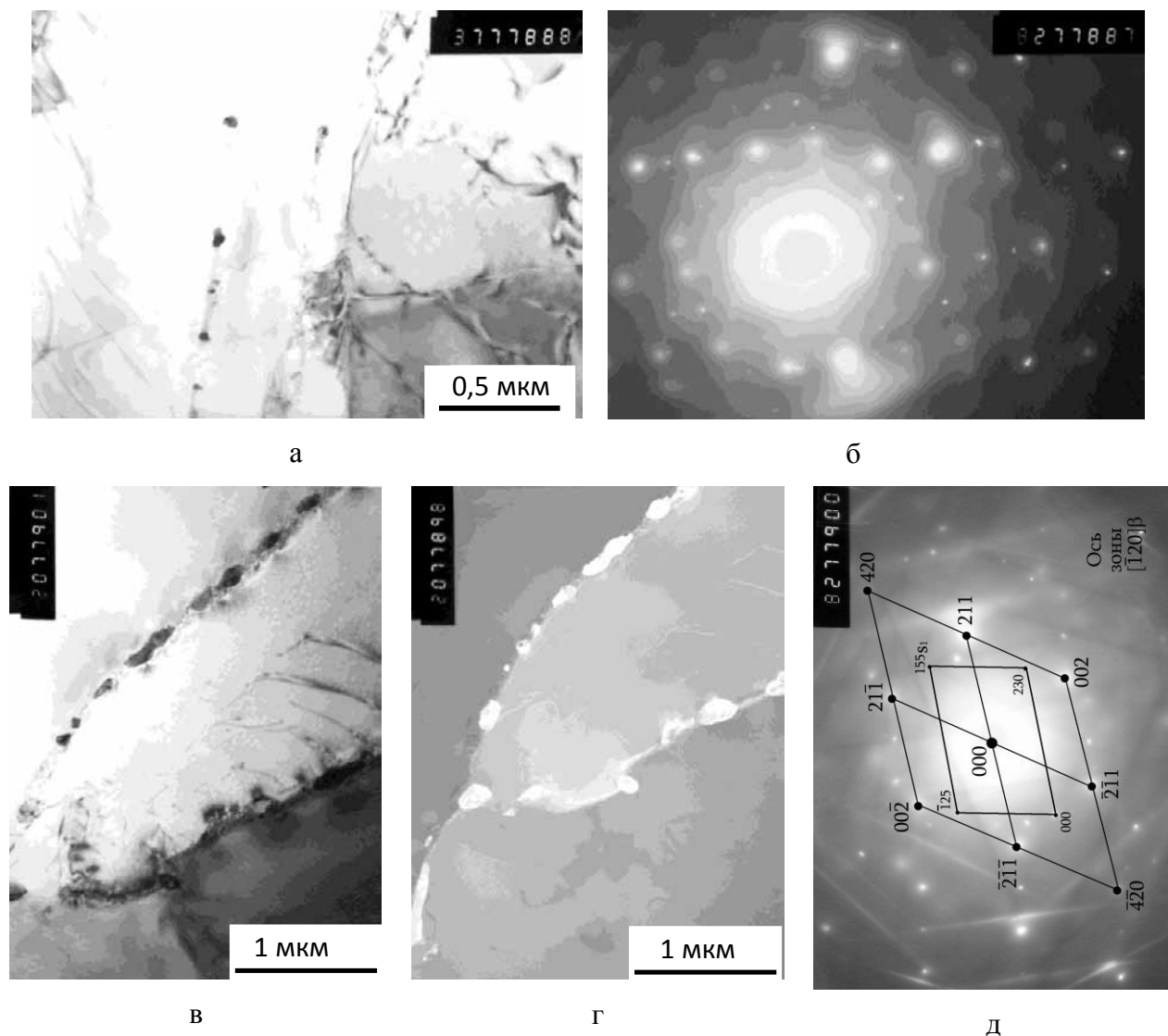
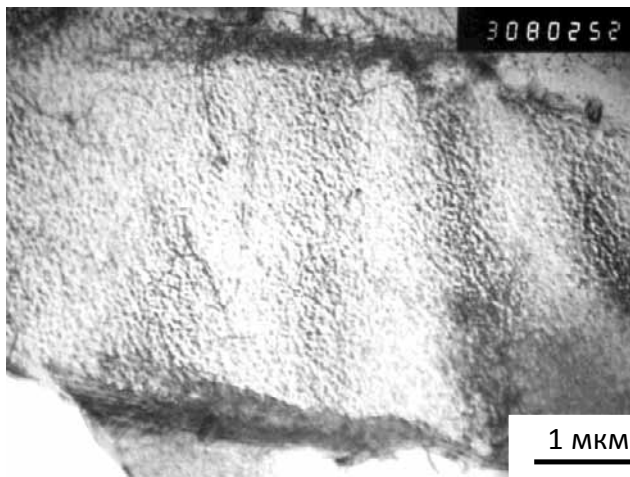


Рисунок 1.59 Микроструктура сплава 5 после старения на 600°C

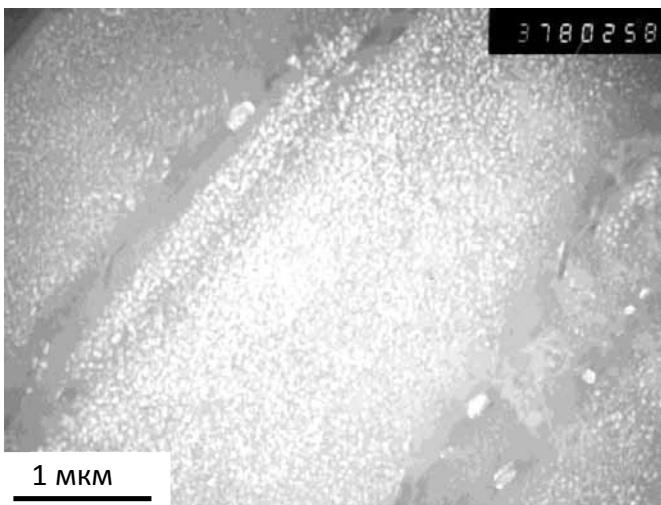
По нашему мнению, выделение интерметаллидных частиц во многом определяется температурой старения и исходной однородностью твердого раствора. Так при 500°C α_2 -фаза выделяется в областях, обогащенных α -стабилизаторами, образуя антифазные границы в достаточно крупных микрообъемах. Т.е. это фазовое превращение второго рода. А при 700°C, вследствие активизации диффузионных процессов перераспределения легирующих элементов, образование частиц α_2 -фазы происходит по механизму зарождения и роста, т.е. является превращением первого рода.



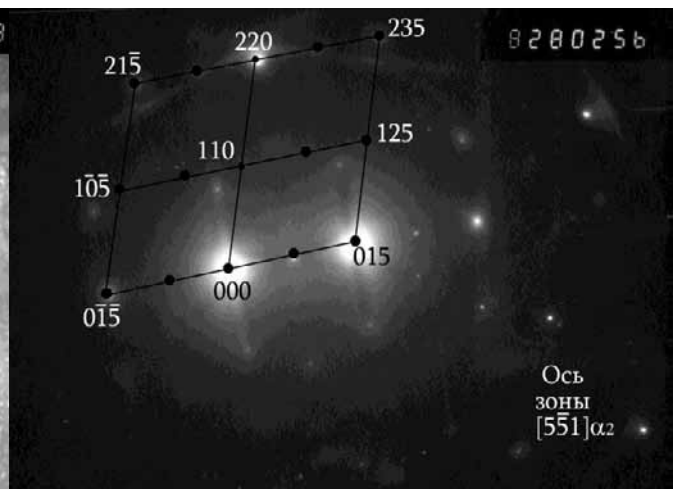
а



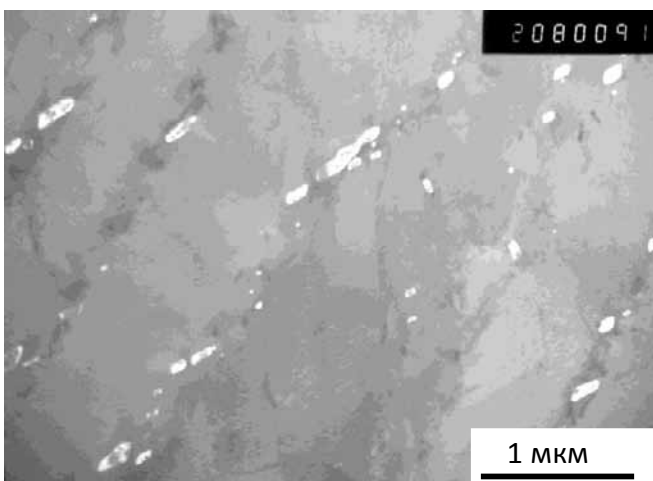
б



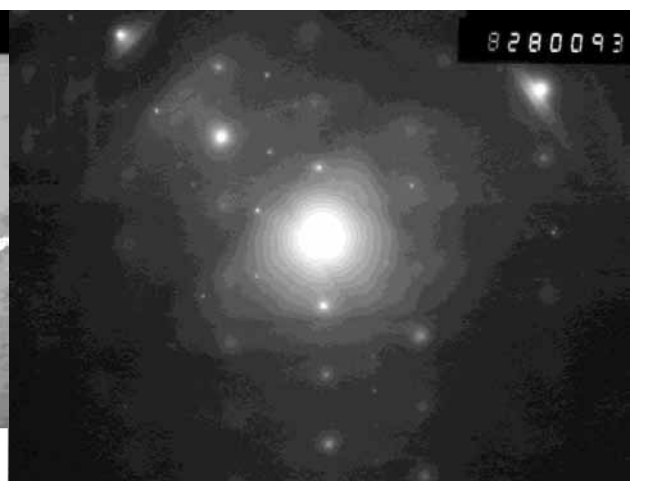
в



г



д



е

Рисунок 1.60 Микроструктура сплава 5 после старения на 700°C,
(в) – темное поле в рефлексе $(110)\alpha_2$; электронограмма с (а) (б), с (в) (г) и с (д) (е)

В β -фазе наблюдается выделение силицидов типа S_1 , а в α -фазе – S_2 и S_3 . В целом выделение интерметаллидных частиц сопровождается незначительным упрочнением

сплавов, которое больше в присутствии циркония, и уменьшением пластических и особенно вязкостных свойств. Особенно в случае, когда выделяются и силициды, и α_2 -фаза.

Обобщение приведенных выше результатов комплексного исследования структуры, фазового состава и свойств опытных жаропрочных титановых сплавов позволило сделать следующие выводы;

1. Подтверждено, что силициды структурного типа S_1 образуются на межфазных α/β границах со стороны β -фазы, а силициды типа S_2 и S_3 образуются в α -фазе.

2. Обнаружено, что в процессе старения в определенном температурном интервале возможна глобуляризация тонких прослоек β -фазы.

3. Установлено, что при низких температурах старения (500°C) образование α_2 фазы происходит в результате упорядочения отдельных микрообъемов вследствие неоднородности исходного состояния с характеристическим образованием антифазных границ; повышение температуры старения до 700°C способствуют активизации диффузионных процессов и образованию α_2 фазы по механизму зарождения и роста.

4. Показано, что проведение старения в интервале температур $500-700^\circ\text{C}$ способствует во всех опытных сплавах незначительному повышению прочностных и снижению пластических и особенно вязкостных свойств за счет активизации процессов выделения алюминидов и силицидов. Наилучшее сочетание свойств наблюдается после старения при 600°C , 100 часов в сплаве 3 с пониженным содержанием алюминия и без циркония, что обеспечивает наименьшее отрицательное действие силицидов и алюминидов на характеристики пластичности и вязкости.

Полученные данные показали, что выделение силицидов и алюминидов в значительной мере влияет на уровень механических свойств, в первую очередь, пластичность и ударную вязкость, но для изделий из данного типа сплавов, работающих в двигателях наибольшее значение имеют жаропрочные характеристики. В связи с этим было проведено исследование по влиянию режимов термической обработки на механические свойства при комнатной и повышенных температурах промышленного сплава ВТ18У с различным содержанием кремния (сплавы 1 (ВТ18У-1) и 2 (ВТ18У-2)).

Поскольку выше приведенные исследования на опытных сплавах показали, что выделения частиц силицидов оказывают отрицательное влияние на пластичность и ударную вязкость сплавов типа ВТ18У, то при разработке режимов термообработки обращали внимание на то как это отрицательное влияние свести к минимуму или вообще избежать. Поэтому режимы термообработки выбирались таким образом, чтобы попытаться исключить или свести к минимуму выделение частиц силицидов. Из этих соображений температура первой ступени термообработки была выбрана ($T_{пп} - 20^\circ\text{C}$), основываясь на полученных

результатах влияния температуры первой ступени на характеристики ударной вязкости (рисунок 1.61).

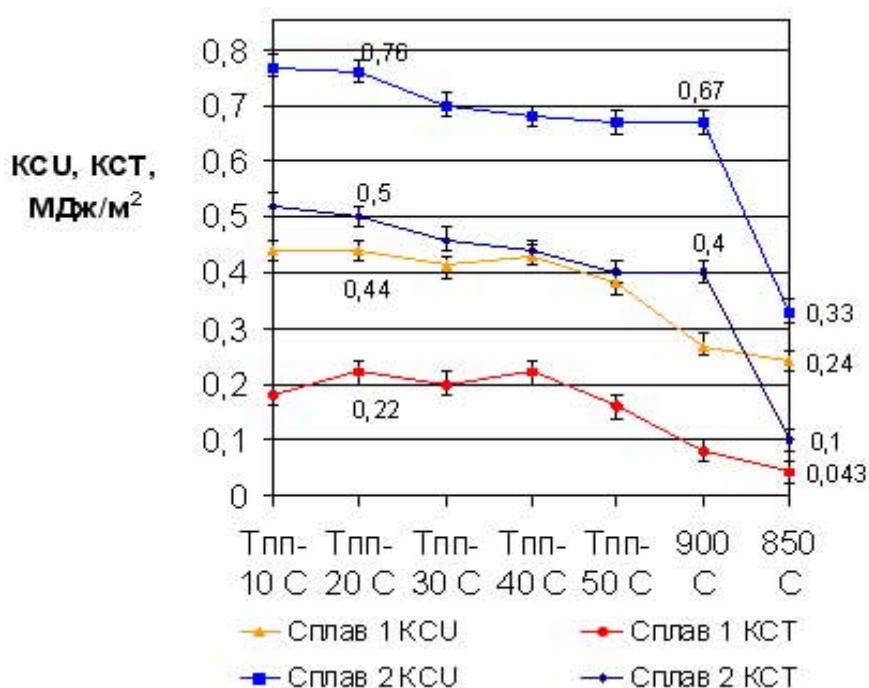


Рисунок 1.61 Изменение ударной вязкости в зависимости от температуры отжига (1 час, охл. – воздух)

При выборе температуры старения учитывалось, что для двухфазных титановых сплавов максимальная скорость выделения силицидов наблюдалась при 700-750°C [51]. Исходя из этого, старение проводилось при температурах: 500, 550, 600, 650°C с выдержкой 2 часа. Механические свойства при комнатной температуре приведены на рисунке 1.62.

Анализ механических свойств сплавов 1 и 2 после старения показывает следующее:

- уровень прочностных свойств обоих сплавов близкий. У сплава №1 с более высоким содержанием кремния в целом несколько более высокие значения σ_b и несколько более низкие – $\sigma_{0,2}$. Максимальные значения временного сопротивления разрыву наблюдаются в интервале температур старения 550-600°C;
- уровень пластических характеристик обоих сплавов при всех режимах старения также практически одинаков. Значения относительного удлинения не зависят от температуры старения, величина относительного сужения несколько снижается при повышении температуры старения от 500 до 650°C и его значение немного выше для сплава с более низким содержанием кремния;

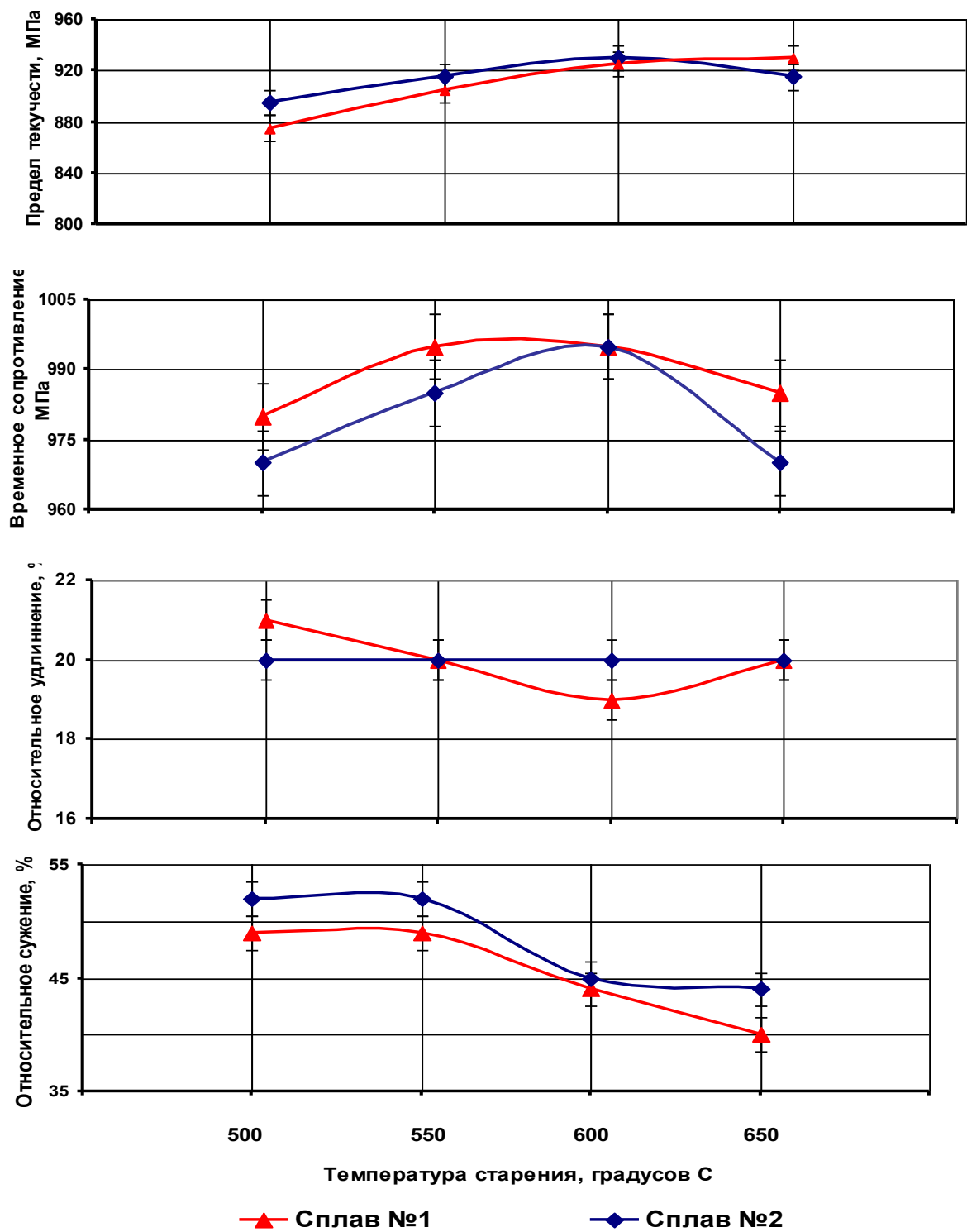
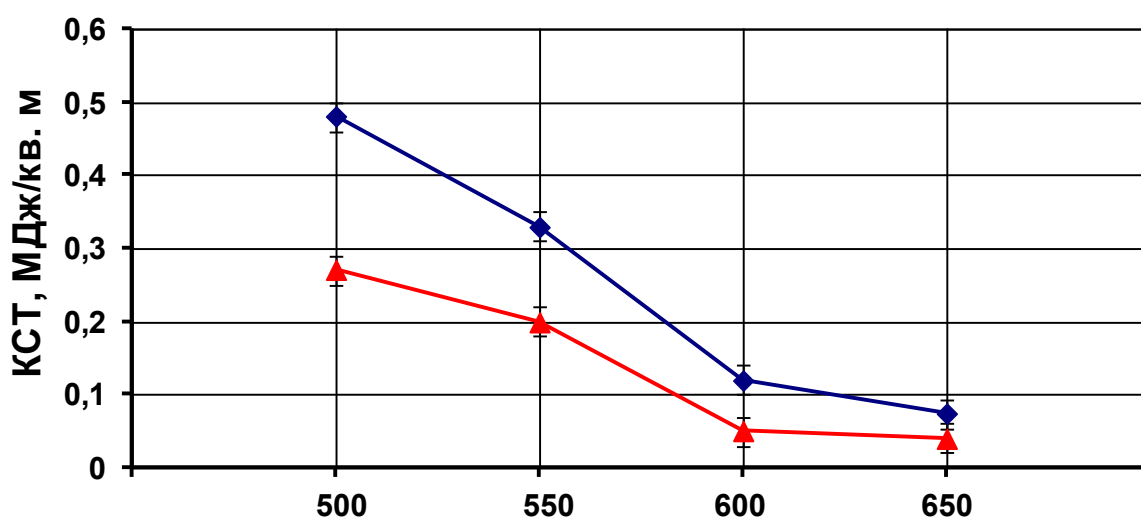
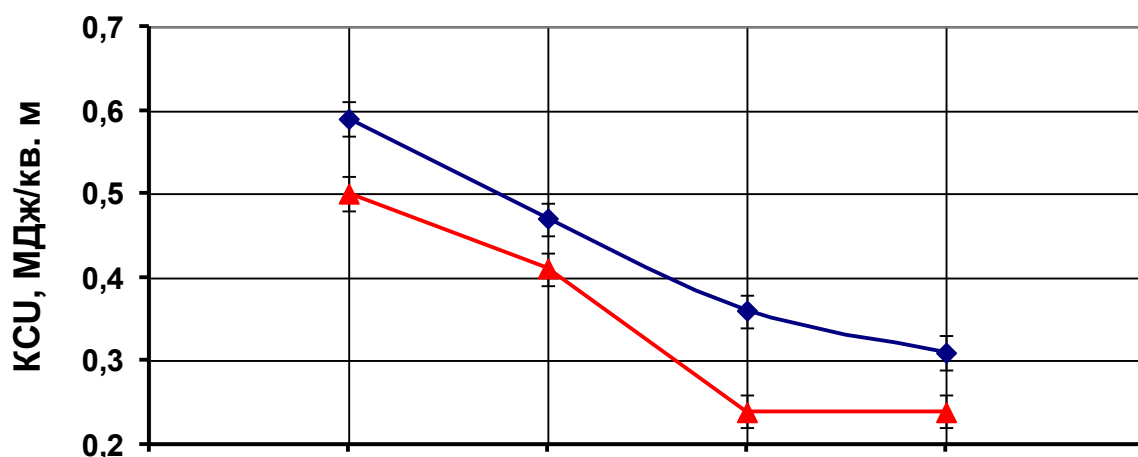


Рисунок 1.62



Температура старения, градусов С

—▲— Сплав №1

—◆— Сплав №2

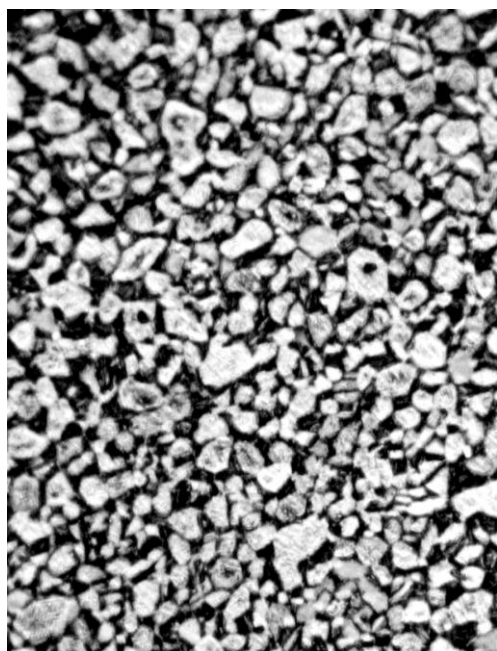
Рисунок 1.62 (окончание) Механические свойства прутков из сплава ВТ18У.

Термообработка: I-я ступень – Тпп - 20°C, 1 час, воздух; II ступень - t°, 2 часа, воздух

- показательные результаты получены при испытаниях характеристик ударной вязкости. Испытания после термообработки при температуре Тпп - 20°C показывали значительно более высокий уровень КСУ и КСТ для сплава с более низким содержанием кремния (рисунок 1.62). После старения при 500°C значения характеристик ударной вязкости остаются на том же уровне, что и после первой ступени термообработки без старения. При дальнейшем повышении температуры старения происходит снижение значений КСУ и КСТ:

небольшое – после выдержки при 550°C и резкое – после выдержки при 600-650°C. В сплавах, состаренных при 600-650°C их значения становятся близкими: например для температуры старения 650°C для сплава №1 $KCU = 0,25$, $KCT = 0,04$ МДж/м², для сплава №2 – 0,31 и 0,07 МДж/м² соответственно. Однако, при всех исследованных температурах старения сохраняется хотя бы небольшое преимущество сплава с более низким содержанием кремния по характеристикам ударной вязкости.

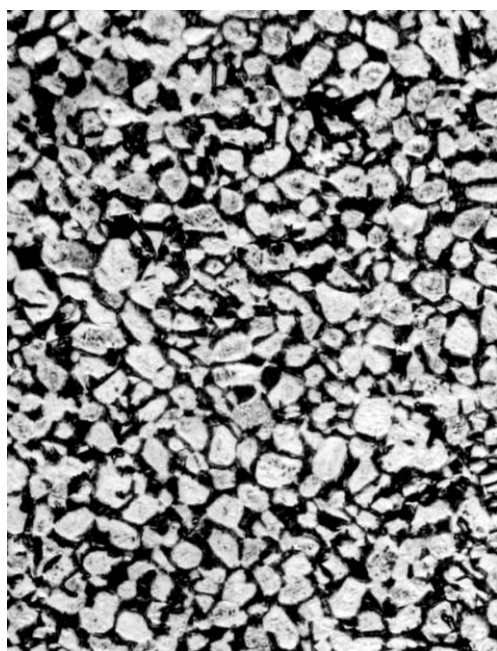
Исследование микроструктуры (рисунок 1.63) показало, что структура обоих сплавов после всех режимов старения одинакова.



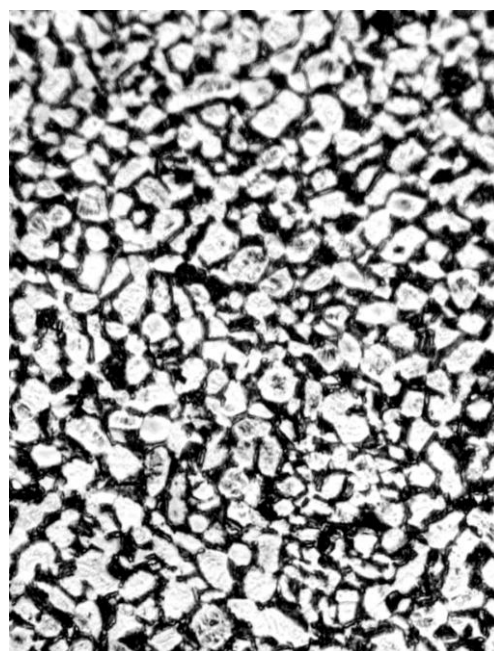
а – сплав 1, 500°C;



б – сплав 1, 600°C



в- сплав 2, 500°C;

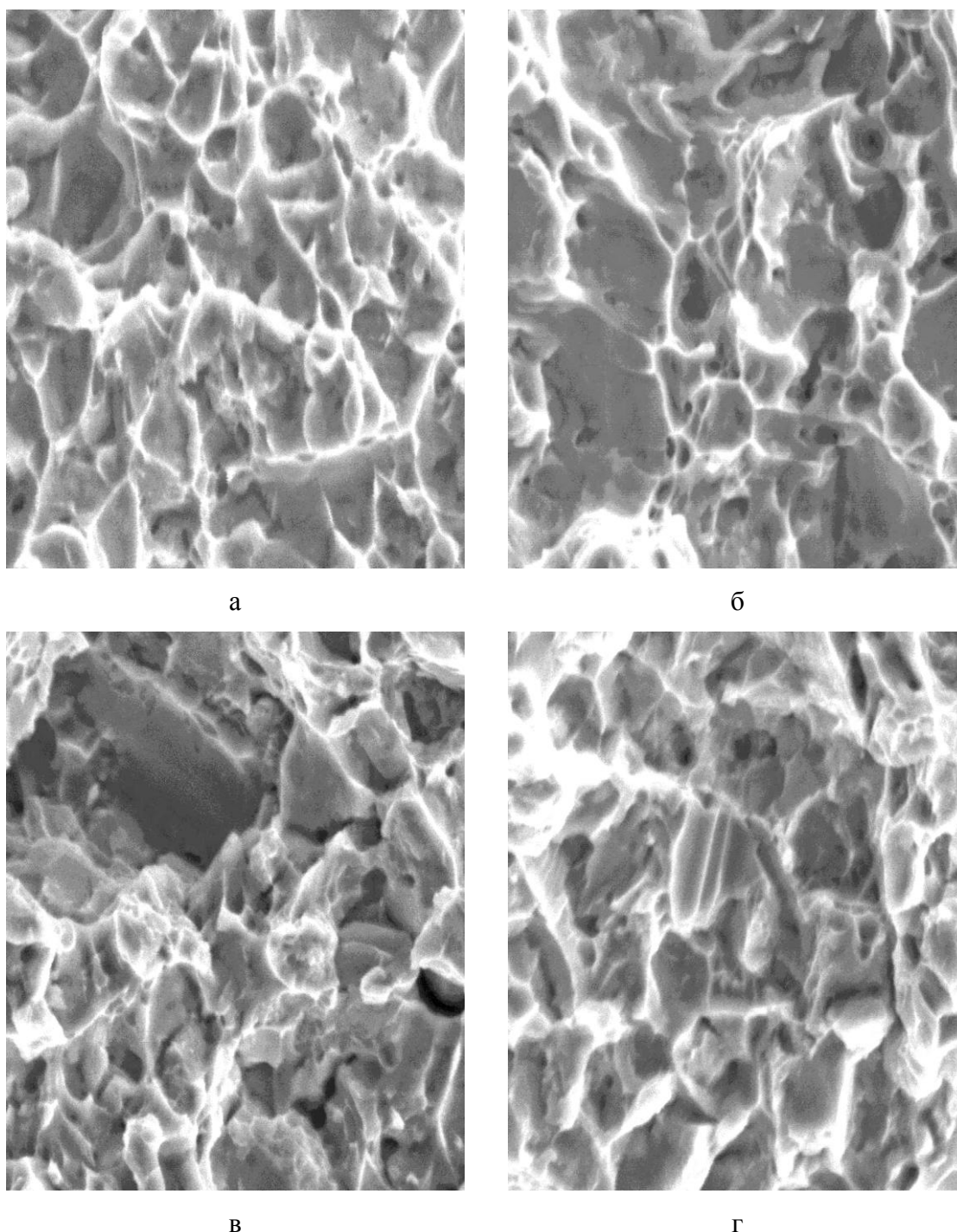


г– сплав 2, 600°C

Рисунок 1.63 Микроструктура образцов сплавов ВТ18у после старения, х500

Она содержит первичную α -фазу по форме близкую к глобулярной в количестве 50-55%, которая сформировалась во время первой ступени термообработки, при старении заметного изменения микроструктуры уже не происходит. Таким образом, металлографический анализ показывает, что особенности поведения состаренных сплавов можно объяснить только различием их тонкой структуры.

На образцах после испытаний на ударную вязкость проведено микрофрактографическое исследование изломов (рисунок 1.64).



а

б

в

г

а, в – сплав 1; б, г – сплав 2; – х2000

Рисунок 1.64 Поверхности разрушения сплавов после старения при 500 (а,б) и 600°C (в,г)

Изломы всех образцов однородные. Рельеф поверхности разрушения образцов, состаренных при температуре 500°C, сформирован относительно равноосными ямками вязкого разрушения (рисунок 1.64). После старения при 600°C в изломе наряду с ямками вязкого разрушения наблюдаются фасетки – относительно гладкие площадки. На некоторых из них видны параллельные ступеньки (рисунок 1.64 в,г). Это свидетельствует о том, что после старения при 600°C происходит понижение локальной пластической деформации.

Зависимости особенностей изломов от температуры старения просматриваются для образцов обоих сплавов. Таким образом, фрактографическое исследование показывает, что при повышении температуры старения начинают действовать какие-то дополнительные факторы, охрупчивающие металл.

Весьма вероятно, что эти дополнительные факторы связаны с выделениями в сплаве интерметаллидов. По поводу того, какие именно интерметаллиды влияют на механические свойства сплава, можно провести следующие рассуждения, приведенные ниже.

Результаты испытаний ударной вязкости (рисунок 1.62) показывают их снижение с увеличением температуры старения вне зависимости от уровня содержания кремния в сплаве, хотя, при температуре первой ступени ($T_{\text{пл}} - 20^\circ\text{C}$) их выделение не должно происходить. Выбранные температуры старения так же недостаточно высокие для того, чтобы ожидать интенсивную кинетику выделения силицидов. Известно [51], что выделения алюминидов подобно силицидам также охрупчивают сплав, снижая, в первую очередь, характеристики ударной вязкости. Для сплава ВТ25у максимальная скорость выделения α_2 -фазы наблюдалась при 560°C. Поэтому, такое поведение сплавов после старения при температурах 550-650°, вероятнее всего, связано в большей степени с влиянием алюминидов.

Выделения α_2 -фазы помимо охрупчивающего действия улучшают жаропрочные свойства металла. Поэтому были проведены испытания материала обоих сплавов на кратковременную и длительную прочность после старения при всех использованных температурах. Результаты испытаний приведены в таблице 1.14.

Уровень кратковременной прочности при температуре испытания 600°C на $\approx 10\text{-}30\text{ МПа}$ выше для сплава 1 при всех режимах старения. Это закономерно, поскольку при комнатной температуре кратковременная прочность этого сплава также несколько выше.

Длительная прочность заметно выше для сплава 1 при всех режимах старения, причем при температурах 500 и 650°C наблюдаются максимальные значения, а при температурах 550 и 600°C более низкие. Для сплава 2 при температурах старения 500÷600°C близкие по значению между собой, но более низкие, чем для сплава 1 значения длительной прочности, при 650°C она возрастает.

Таблица 1.14 Механические свойства сплавов 1 и 2 при 600°C
после различных режимов старения

Режим старения	$\sigma_B^{600^\circ\text{C}}$, МПа	Длит. прочность при 600°C, $\sigma=275$ МПа, часов
сплав 1, Si=0,25%		
500°C, 2 часа, воздух	595	>100
550°C, 2 часа, воздух	610	72
600°C, 2 часа, воздух	595	78
650°C, 2 часа, воздух	585	>100
сплав 2, Si=0,10%		
500°C, 2 часа, воздух	585	56
550°C, 2 часа, воздух	575	43
600°C, 2 часа, воздух	570	58
650°C, 2 часа, воздух	555	74

Совместный анализ характеристик ударной вязкости и длительной прочности сплавов позволяет сделать следующие предположения:

- более высокие значения длительной прочности сплава 1 обеспечиваются за счет большего легирования его кремнием. Это обеспечивает присутствие большего количества атомов кремния в твердом растворе, повышая жаропрочные свойства металла;

- относительно снижения значений ударной вязкости: поскольку вряд ли можно предположить существенные выделения силицидов при данных температурах старения, по крайней мере, в сплаве №2 с низким содержанием кремния, то, очевидно, снижение этих характеристик происходит в большей степени за счет выделения α_2 -фазы. Учитывая результаты испытаний обоих сплавов на длительную прочность, можно предположить, что из исследованных температур старения наиболее интенсивное выделение алюминидов происходит при 650°C. При этой температуре обеспечивается максимальная длительная прочность, но минимальные значения характеристик ударной вязкости;

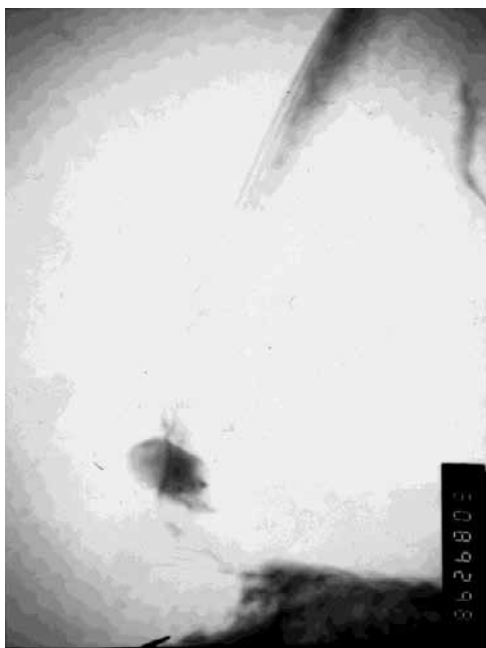
- для сплава 1 нужно рассматривать совместное влияние силицидов и α_2 -фазы. При температуре старения 500°C весь кремний или большая его часть находится в твердом

растворе, выделений алюминидов не происходит или они незначительны. Это обеспечивает одновременно хорошие показатели как ударной вязкости, так и жаропрочности. Когда температура старения повышается, то ускоряется как кинетика выделения силицидов, так и алюминидов. Результаты испытаний на длительную прочность говорят о том, что при температурах старения 550-600°C, очевидно, в первую очередь выделение силицидов влияют на жаропрочность металла: образуя соединения, кремний выводится из твердого раствора, тем самым снижая эту характеристику сплава. Выделения силицидов косвенно подтверждаются тем фактом, что для сплава 2 с содержанием кремния 0,1 вес. % характеристики ударной вязкости выше для всех температур старения. При этом для сплава 2 нельзя полностью исключить, что какие-то выделения силицидов все-таки происходят, поскольку даже в сплаве с минимальным содержанием кремния они возможны.

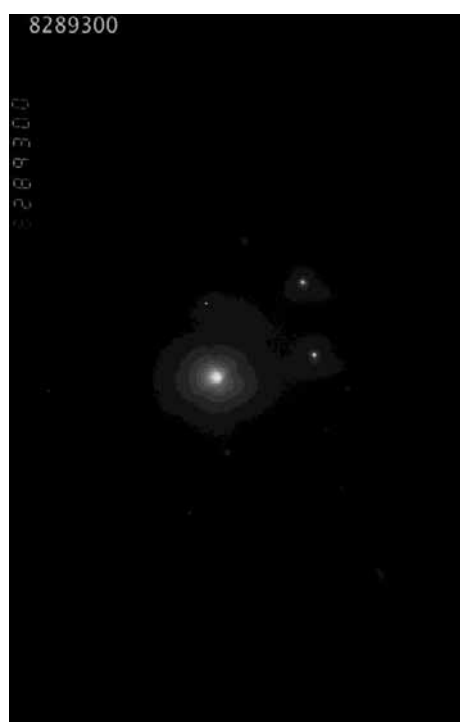
Вышеприведенные заключения о возможности выделений интерметаллидов в ходе старения подтверждаются данными электронномикроскопического исследования фольг обоих сплавов после термообработки: нагрев до температуры 980°C, выдержка 1 час, охлаждение на воздухе; нагрев до температур 500 и 600°C выдержка 2 часа, охлаждение на воздухе (рисунки 1.65-1.68). Как видно в обоих сплавах происходит выделение силицидов и алюминидов, которые и оказывают влияние на их механические свойства.

Таким образом, в результате проведенных исследований можно отметить следующее:

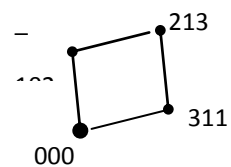
- выделение интерметаллидов (алюминидов и силицидов) оказывает сильное влияние на механические свойства псевдо- α - сплава, в первую очередь на жаропрочность и ударную вязкость, и это необходимо учитывать при назначении режимов их обработки;
- во время выдержки при температурах старения 550-650°C в псевдо- α -сплаве происходит выделение алюминидов, которые охрупчивают его, но повышают жаропрочность. По результатам испытаний на ударную вязкость и длительную прочность максимальная интенсивность их выделения в исследованном интервале температур зафиксирована при температуре 650°C;
- во время старения при температуре 500°C и выше происходит выделение силицидов типа S_1 и S_2 , которые, наряду с алюминидами, влияют на механические свойства материала, также охрупчивая его и снижая жаропрочность;
- наиболее высокий комплекс свойств, включая жаропрочные, в сплавах ВТ18У-1, ВТ18У-2 с глобулярной α -фазой получен при следующем режиме термической обработки, скорректированном относительно стандартного, - температура 1-й ступени $T_{\text{пл}}-20^\circ\text{C}$, выдержка 1 час, воздух, температура второй ступени – 500°C, 2 часа, воздух, обеспечивающем максимальную легированность α -твердого раствора без заметного выделения силицидов и алюминидов, способствующих развитию процессов охрупчивания.



а



б



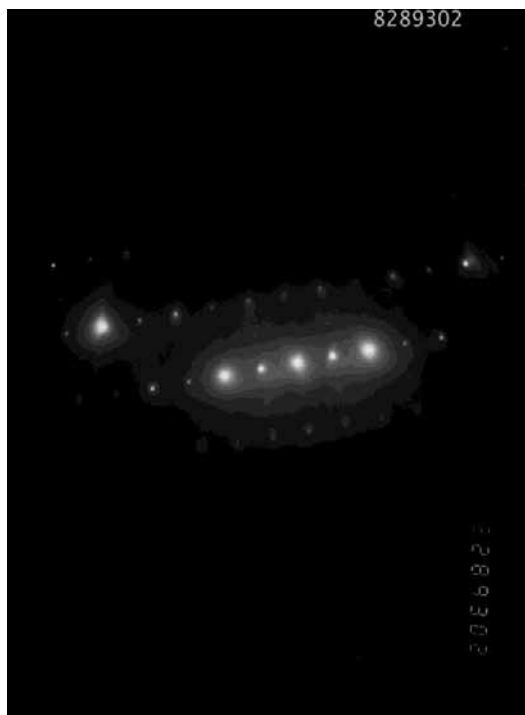
Ось зоны $[271]_{S_1}$

в

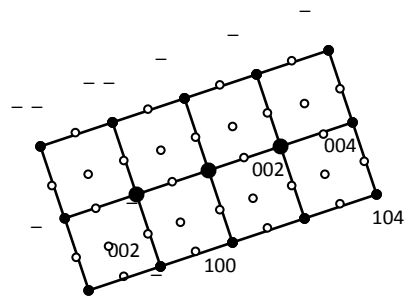
а – $\times 50000$; б, в – электронограмма и схема с силицида типа S_1
 Рисунок 1.65 Микроструктура сплава 1 после старения при 600°C
 с силицидом типа S_1



а



б



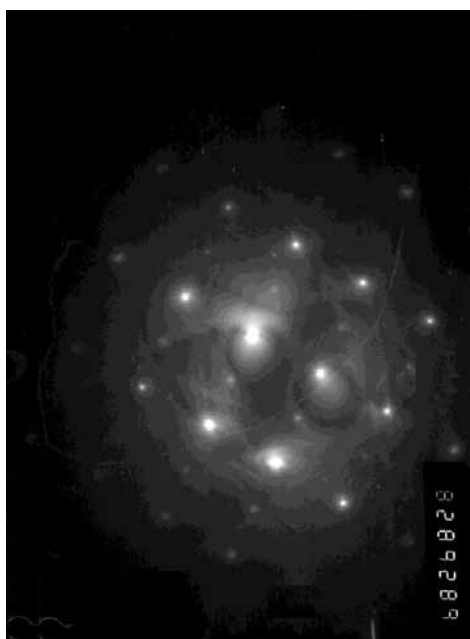
в

а – $\times 50000$; б, в – электронограмма и схема с α_2 -фазой

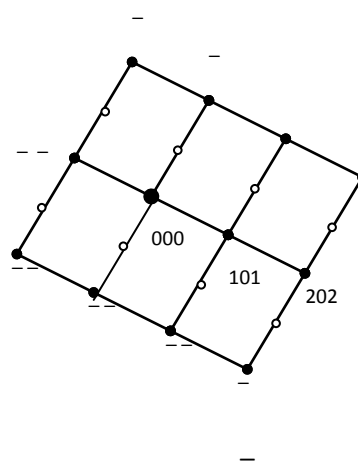
Рисунок 1.66 Микроструктура сплава 1 после старения при 600°C с α_2 -фазой



а



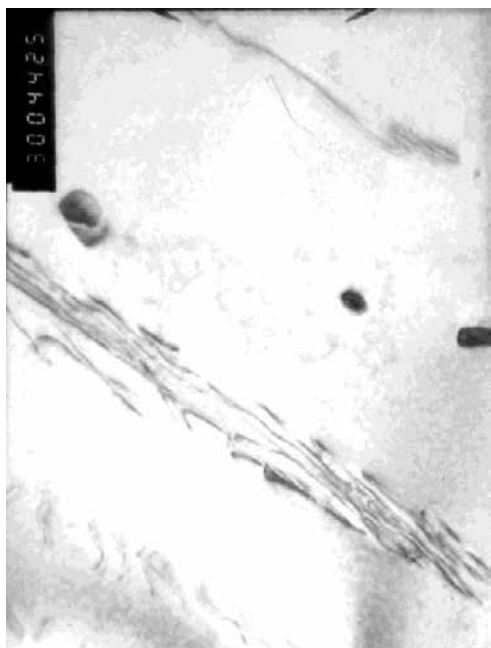
б



Ось зоны $[131]_{\alpha}$

в

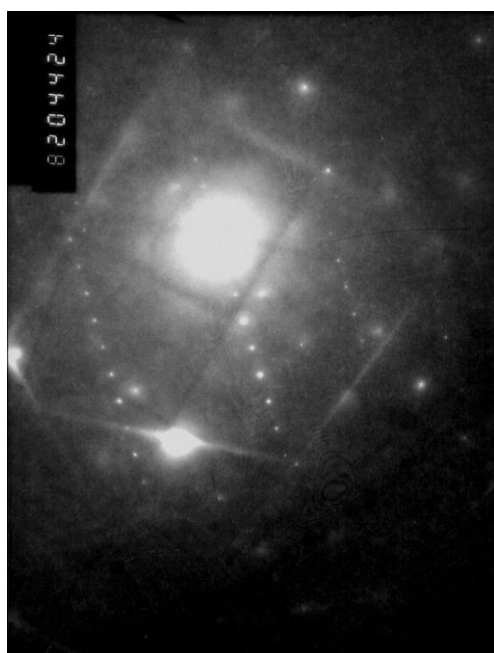
а – $\times 20000$; б, в – электронограмма и схема с α_2 -фазой
Рисунок 1.67 Микроструктура сплава 2 после старения при 600°C с α_2 -фазой



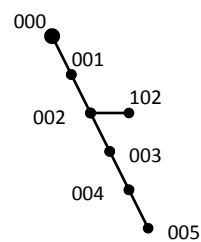
а



б



в



Ось зоны $[010]_{S_1}$

г

а, б— $\times 30000$; б —т.п. в свете рефлекса 002;

в, г — электронограмма и схема с силицида типа S_1

Рисунок 1.68 Микроструктура сплава 1 после старения при 500°C с силицидом типа S_1

При оценке полноты решения поставленных задач в проекте по этого типа материалам можно отметить, что они решены в полном объеме и соответствуют современному научно-техническому уровню, в частности:

- разработана методика рентгеноструктурного анализа, позволяющая идентифицировать выделения малые объемные доли алюминидов (α_2) в сплавах типа VT18У, что обеспечивает возможность расчета несоответствия периодов решеток матричной и выделяющихся фаз для оценки жаропрочных характеристик сплавов с интерметаллидным упрочнением;

- получены и предложены технологические схемы обработки опытных сплавов 3-6 на основе сплава VT18У и на базе анализа превращений и формирования свойств в этих сплавах установлены закономерности влияния силицидов и алюминидов на комплекс свойств при термической обработке, что позволило предложить научно-обоснованные режимы термической обработки промышленного сплава VT18У;

- разработан режим термической обработки сплава VT18У-1 с глобулярной α -фазой (температура 1-й ступени $T_{\text{пп}}-20^\circ\text{C}$, выдержка 1 час, воздух, температура второй ступени – 500°C , 2 часа, воздух), обеспечивающий формирование комплекса свойств (рисунок 1.62, таблица 1.14), недостижимого ранее в сплавах с такой структурой, особенно по длительной прочности при 600°C ; данный режим прошел успешное опробование на полученных в промышленных условиях на прутках из сплава VT18У (см. раздел 3), что в перспективе можно использовать при обработке деталей для авиационного двигателя нового поколения (диски, лопатки) из данного сплава.

1.4. Авиационные материалы на основе орторомбического алюминиды титана Ti_2AlNb

На предыдущих этапах проекта по этому материалу были проведены (по пунктам):

1. Анализ научно-технической литературы, нормативно-технической документации, включающий в себя рассмотрение фазовых и структурных превращений в интерметаллидных сплавах на основе Ti_2AlNb , сущность метода, технологические возможности процесса, оборудование диффузионной сварки, основные параметры режимов диффузионной сварки
2. На основании информационного анализа сформулированы конкретные направления решения задач по соединению сплавов на основе интерметаллидов титана. Осуществлен выбор составов сплавов.
3. Выполнены экспериментальные исследования, направленные на решение поставленных задач по получению и изучению тонкомерной матрицы на основе орторомбического алюминиды Ti_2AlNb . В рамках этого направления изучены:
 - Эволюция структуры и свойств в интерметаллидном сплаве ВТИ-4
 - Структурные и фазовые превращения, протекающие при изотермическом распаде метастабильной β -фазы в сплаве ВТИ-4
 - Эволюция структуры и свойств в интерметаллидном сплаве ВТИ-4 при получении фольги
4. Разработаны основные технологические подходы по получению тонкомерных полуфабрикатов и фольги из интерметаллидного сплава ВТИ-4

Для этого решен ряд текущих задач:

- Получение и обработка с использованием перспективных технологических методов (пакетная прокатка, термомеханическая обработка) сплава на основе орторомбического алюминиды Ti_2AlNb
 - Проведение комплексных исследований микроструктуры, фазового анализа, физико-механических свойств тонкомерной матрицы на основе орторомбического алюминиды Ti_2AlNb , полученной термомеханическими методами
 - Проведение моделирования термокинетических диаграмм распада β -твердого раствора в сплаве ВТИ-4, полученного при различных температурах обработки и соответствующих расчетов охлаждения фольги при газовом охлаждении в вакуумной печи, сопоставление результатов эксперимента с результатами моделирования и расчетов
5. Выполнены экспериментальные исследования, направленные на отработку научных основ синтеза и обработки материалов на основе орторомбического интерметаллида Ti_2AlNb . Это позволило осуществить:

- Корректировку параметров технологических процессов получения фольги с целью их оптимизации,
 - Выработку рекомендаций по совершенствованию способов, направленных на получение тонкомерных полуфабрикатов (лента, фольга) из интерметаллидного сплава ВТИ-4
 - Отработку технологических режимов обработки интерметаллидного сплава ВТИ4 и изготовление фольги
6. Проведены комплексные исследований образцов полуфабрикатов из интерметаллидного сплава ВТИ4, полученных по новой (скорректированной) методике
- 7 Проведена диффузионная сварка и последующая термическая обработка пакетов интерметаллидных фольг, с целью получения композиционных материалов на основе матрицы из алюминидов титана.
8. Проведены комплексные исследования образцов, полученных диффузионной сваркой, в исходном состоянии и после диффузионного отжига (новые данные). Это позволило осуществить:
- Корректировку режимов сварки
 - Корректировку режимов диффузионного отжига

Наиболее важные экспериментальные результаты проведенных научных и технологических исследований и их обобщение по обозначенным выше пунктам представлены ниже.

По пункту 3. Изучена кинетика изменения микроструктуры (рисунок 1.69), твердости (рисунок 1.70а) и периода решётки β -фазы (рисунок 1.70б) в ходе изотермического распада переохлажденной β -фазы.

Микроструктура сплава ВТИ-4 после изотермической обработки при различных температурах

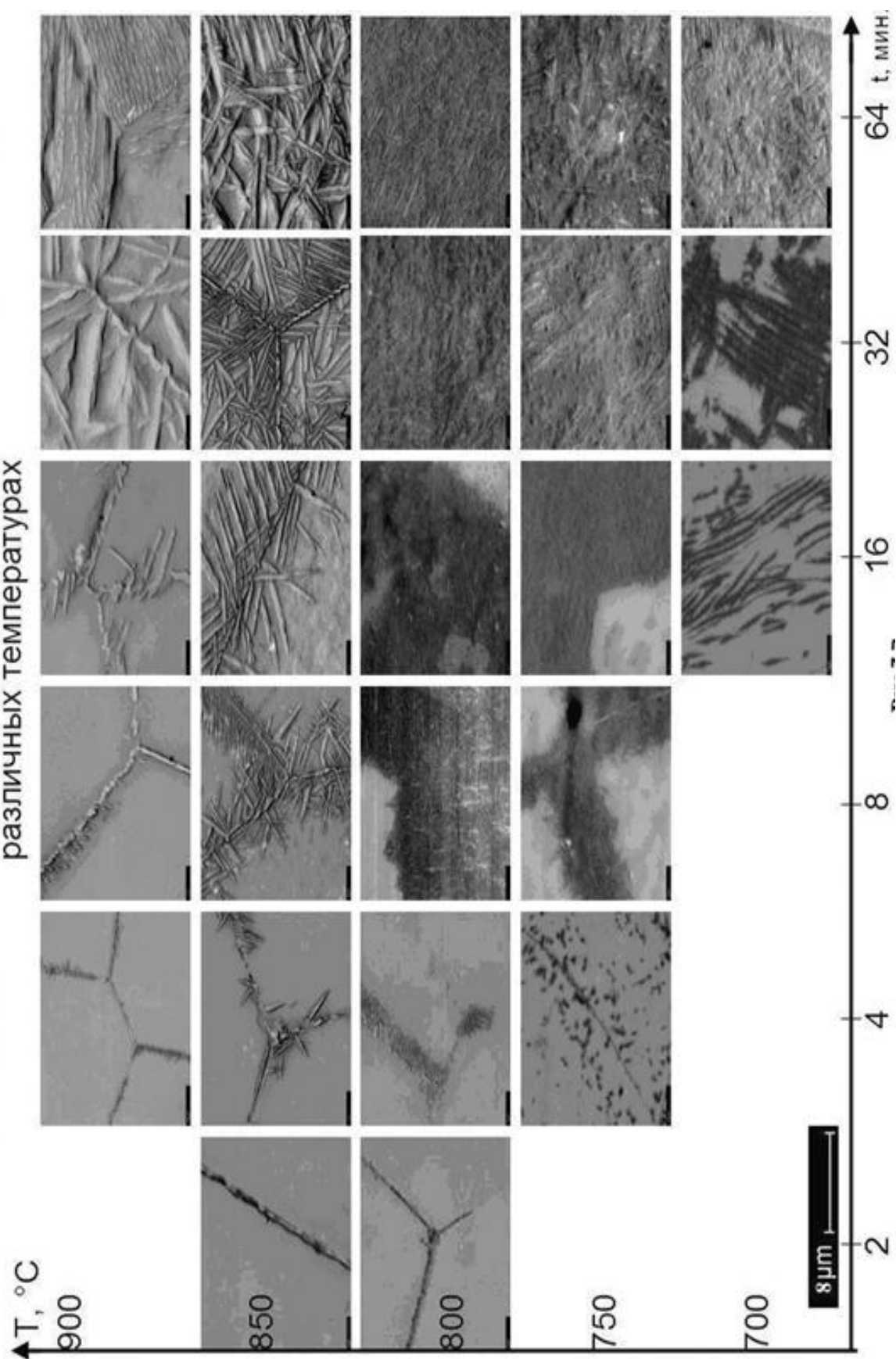


Рисунок 1.69

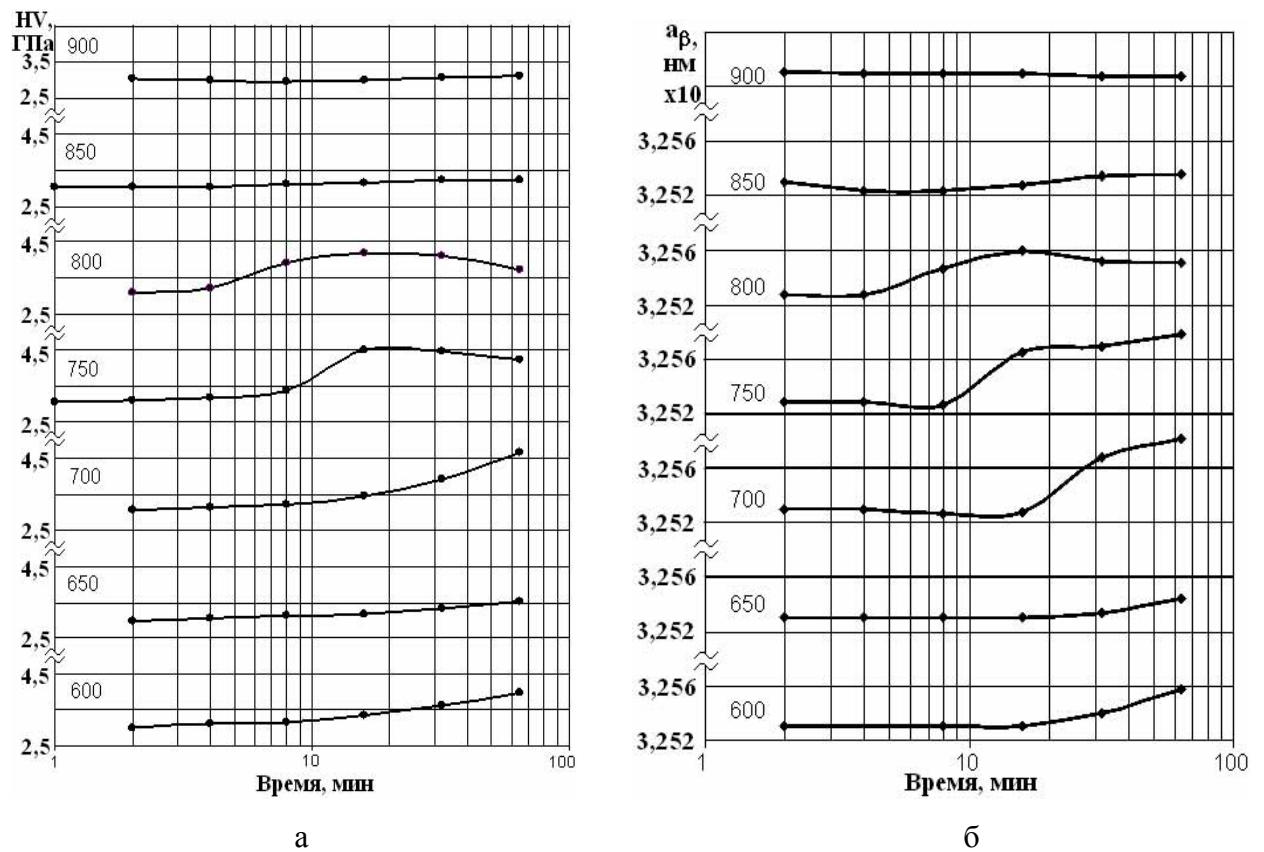


Рисунок 1.70 Изменение твердости (а) и периода решётки β -фазы (б) в зависимости от температуры и времени изотермической выдержки

Обобщающим результатом этих исследований явилось построение диаграммы изотермического распада переохлажденной β -фазы (рисунок 1.71).

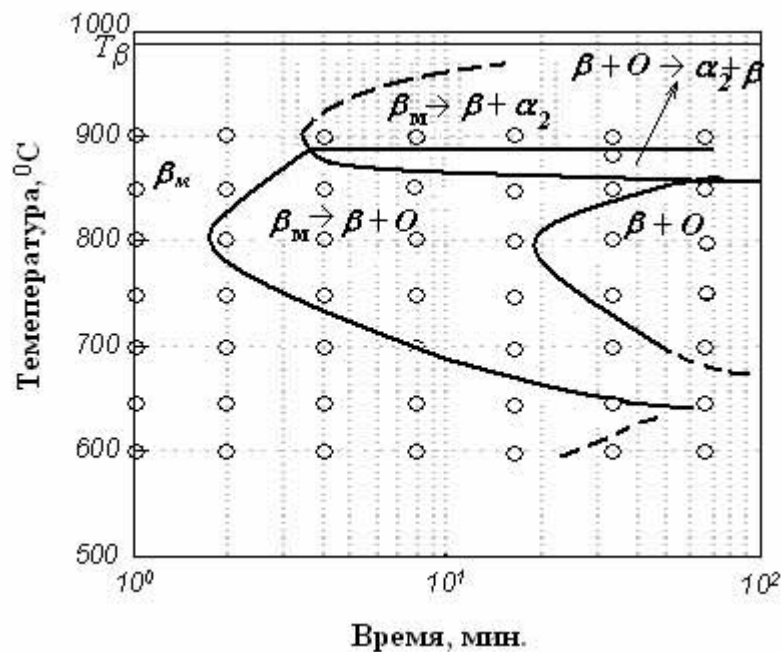


Рисунок 1.71 Диаграмма изотермического распада переохлажденной β -фазы в сплаве ВТИ4.

На основании полученных данных была предложена схема обработки для получения фольги. Исходным состоянием в данном исследовании был горячекатаный лист из сплава ВТИ-4 толщиной 4 мм. Принципиальная схема проведения исследований для получения фольги показана на рисунке 1.72.

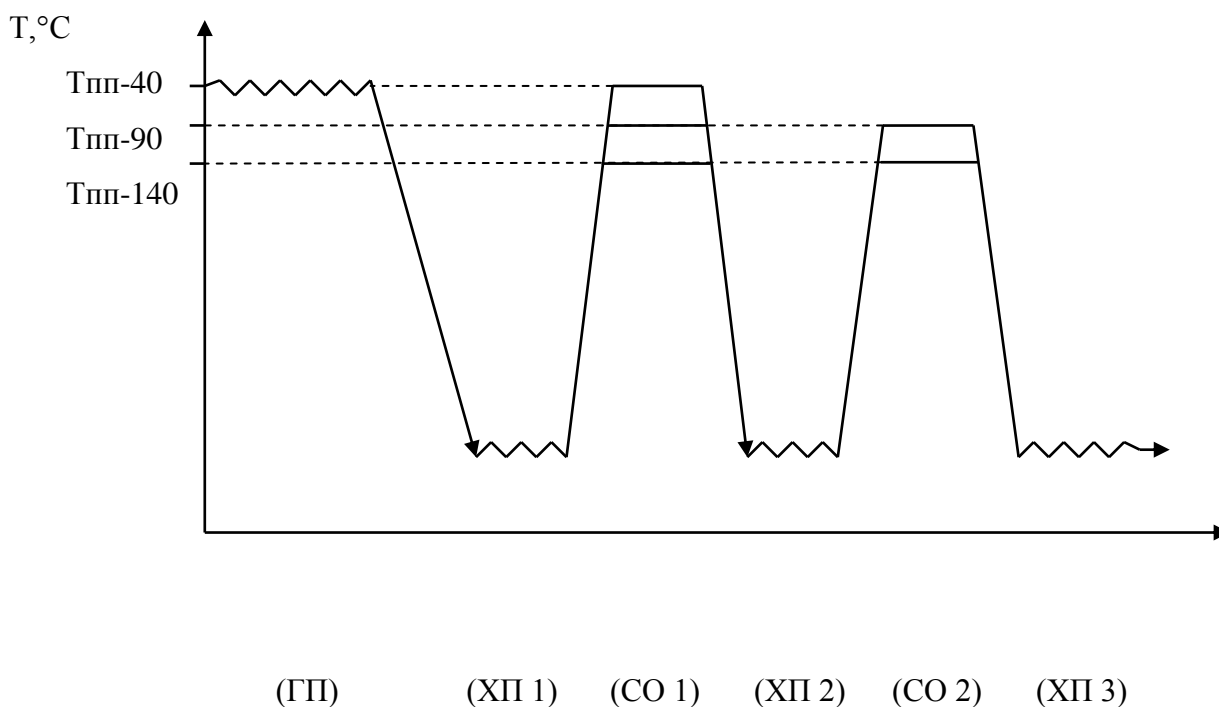


Рисунок 1.72 Схема операций по получению фольги

Горячая прокатка (ГП) до толщины 0,6...0,7 мм.

Холодная прокатка 1 (ХП 1) со степенью обжатия 40 %.

Смягчающая термическая обработка (СО 1) при температурах Тпп-40; Тпп-90; Тпп-140°С в вакуумной печи.

Холодная прокатка 2 (ХП 2).

Смягчающая термическая обработка (СО 2) при температурах Тпп-40; Тпп-90°С в вакуумной печи.

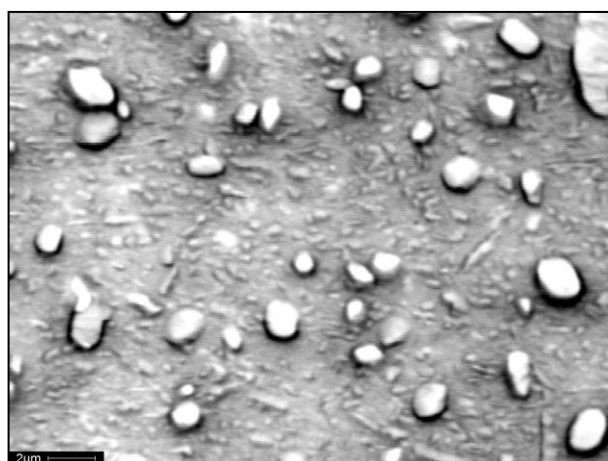
Холодная прокатка 3 (ХП 3) на конечную толщину.

Горячая пакетная прокатка до толщины 0,6 мм прошла успешно. Полученный лист подвергнут холодной деформации (прокаткой). При степени суммарного обжатия 10 % появились признаки потери пластичности (по кромке полосы стали наблюдаться разрывы)

из-за этого холодную прокатку пришлось прекратить. Этот опыт подтвердил предположение, что исходная структура с мелким распадом не является пригодной для холодного деформирования.

В итоге было решено провести смягчающую термическую обработку (СО), которая должна обеспечить получение структуры, способной воспринимать деформацию. Температуры нагрева были выбраны в диапазоне $T_{\text{пп}}-40...140^{\circ}\text{C}$. Нижний предел по температуре обоснован уменьшением количества β -фазы. Верхний предел – рекристаллизацией β -фазы, приводящей к значительному укрупнению зерна).

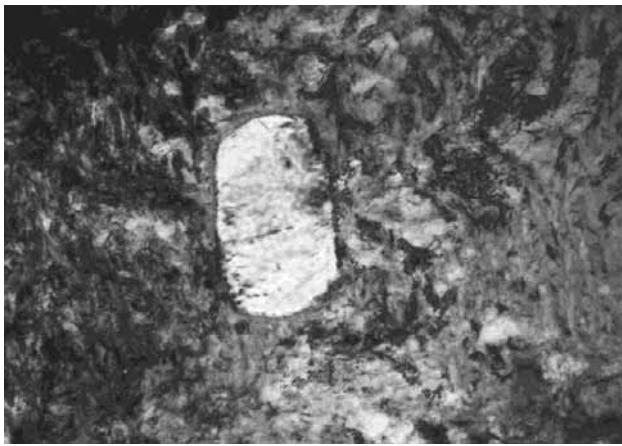
a



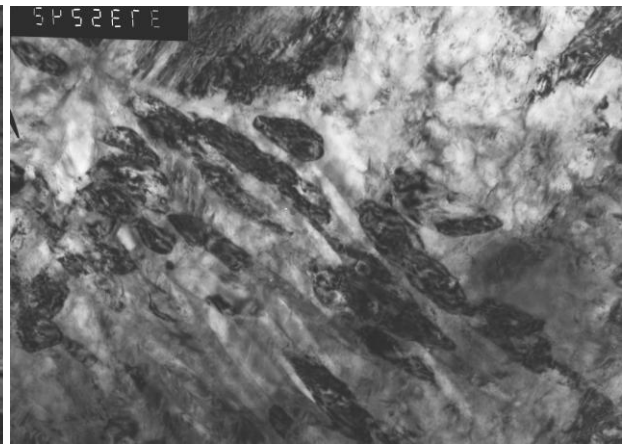
B

 Γ

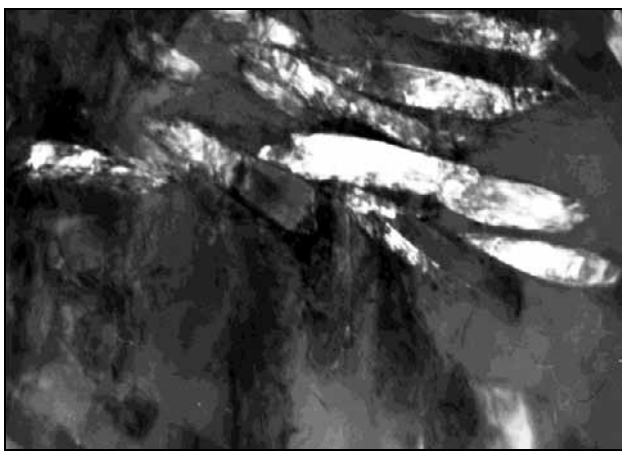
Рисунок 1.73 Микроструктуры исследуемых образцов: а – исходный образец; б, в, г – образцы после СО при температурах $T_{\text{со}}-40$; $T_{\text{со}}-90$; $T_{\text{со}}-140^{\circ}\text{C}$ соответственно



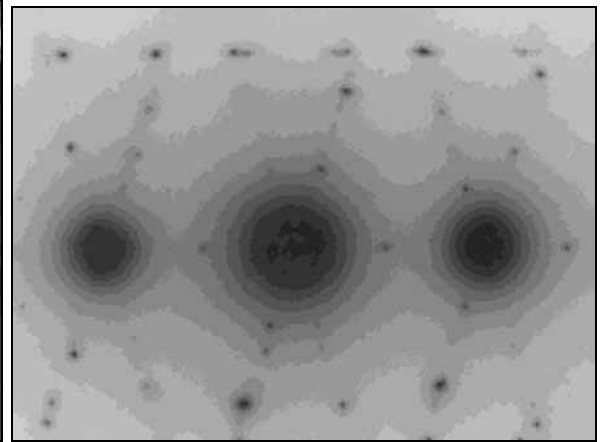
а, x20000



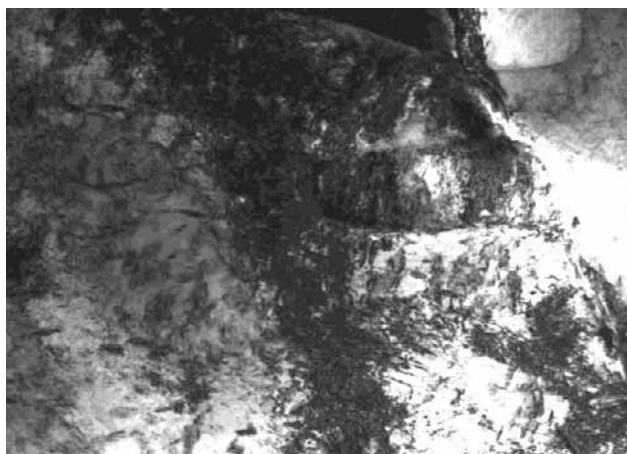
б, x70000



в, x40000



г



д, x20000



е, x40000

Рисунок 1.74 Электронномикроскопические изображения
а,б – СО $T_{\text{пл}}-140^{\circ}\text{C}$, в,г – СО $T_{\text{пл}}-90^{\circ}\text{C}$, д,е – СО $T_{\text{пл}}-40 / T_{\text{пл}}-90^{\circ}\text{C}$

Первая коррекция режима и изучение ее влияния проведена в рамках работы по пункту 4.

По пункту 4. В условиях скорректированного режима ($X_{\text{П1}}=10\%$) удалось получить фольгу менее 100 мкм для случаев промежуточного отжига $\text{CO}_{1,2}=T_{\text{пп}}-90$ и $T_{\text{пп}}-140^\circ\text{C}$. Наличие достаточно больших, 50 градусов, температурных рамок свидетельствует об «устойчивости» технологии (технологичности процесса). $\text{CO}=T_{\text{пп}}-40^\circ\text{C}$ признан неудовлетворительным из-за низкой стабильности β -фазы, которая претерпевает распад при охлаждении (рисунок 1.74д.е) . Очевидно, что скорость охлаждения должна превышать критическую скорость закалки. При этом критическая скорость закалки определяется устойчивостью метастабильной β -фазы. С повышением температуры CO устойчивость β -фазы понижается, вследствие обеднения β -фазы по ниобию и обогащения по алюминию.

Изменение фазового состава на всех этапах технологического процесса приведено в таблице 1.15.

Таблица 1.15 Общий фазовый состав образцов

Горячая прокатка	$\beta + \text{O} + (\alpha_2)$		
Холодная прокатка	$\beta + \text{O} + (\alpha_2)$		
Смягчающая обработка	$T_{\text{пп}}-140^\circ\text{C}$	$T_{\text{пп}}-90^\circ\text{C}$	$T_{\text{пп}}-40^\circ\text{C}$
	$\beta + \text{O} + (\alpha_2)$	$\beta + \alpha_2 + \text{O} + (\alpha_2)$	$\beta_{\text{м}} + \text{O}_1 + \text{TiN} + (\alpha_2)$
Холодная деформация	$\beta + \text{O} + (\alpha_2)$	$\beta + \alpha_2^* + \text{O} + (\alpha_2)$	$(\beta + \alpha'') + \text{O}_1 + \text{TiN} + (\alpha_2)$
Смягчающая обработка	$\beta + \text{O} + (\alpha_2)$	$\beta + \alpha_2 + \text{O} + (\alpha_2)$	900°C
			$\beta + \text{O}_1 + \text{O}_2 + \text{TiN}$
Холодная деформация	$\beta + \text{O} + (\alpha_2)$	$\beta + \alpha_2^* + \text{O} + (\alpha_2)$	$\beta + \text{O}_1 + \text{O}_2 + \text{TiN}$

В итоге фольга была получена в лабораторных условиях. Дальнейшие исследования были направлены на коррекцию технологии и ее адаптацию к заводским условиям.

Исходя из модельных представлений, с помощью специализированного программного обеспечения произведено моделирование линии начала распада β -твердого раствора на термокинетических диаграммах для данного сплава при различных температурах нагрева, которые совмещены с реальными термограммами охлаждения в вакуумной печи используемой для CO холоднодеформированных заготовок, при расходе гелия 3л/мин (рисунок 1.75). Увеличение расхода гелия для данной конструкции печи невозможно и нецелесообразно по экономическим причинам.

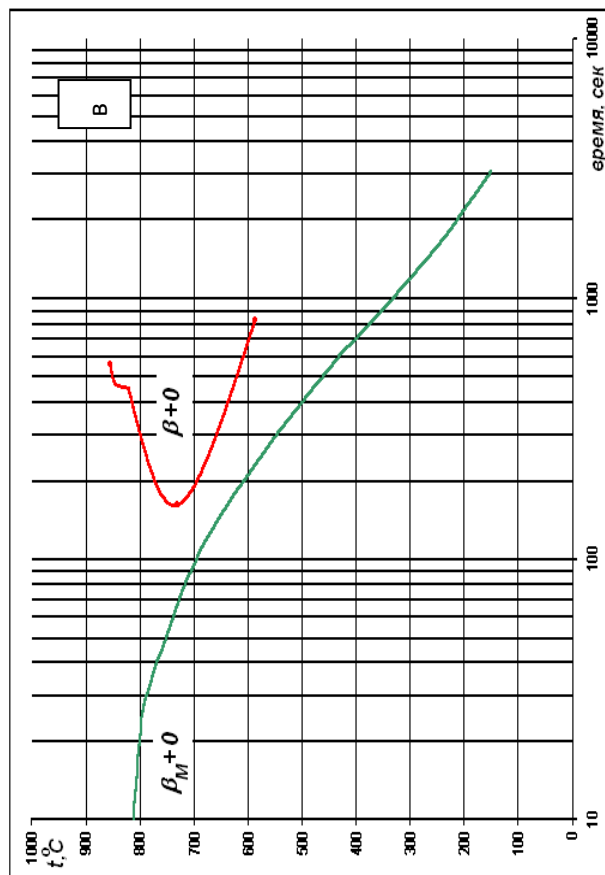
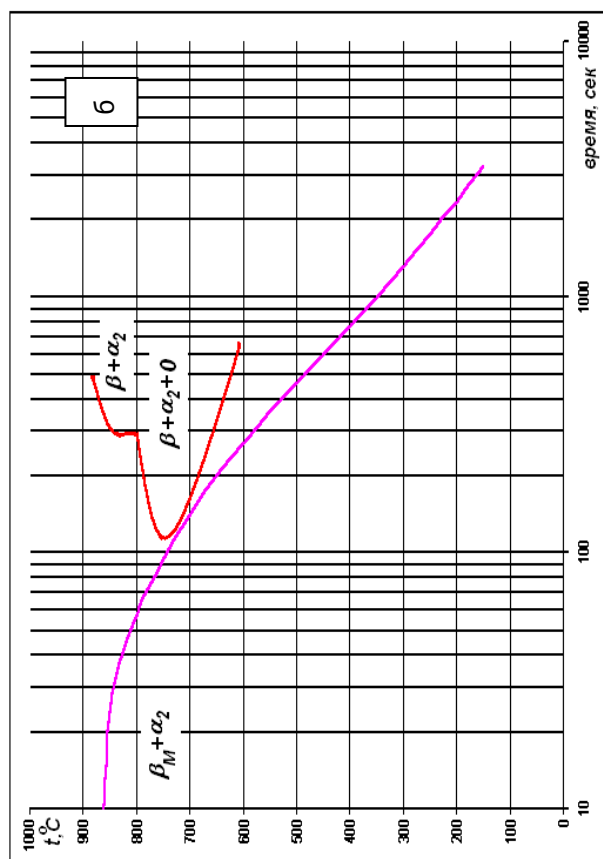
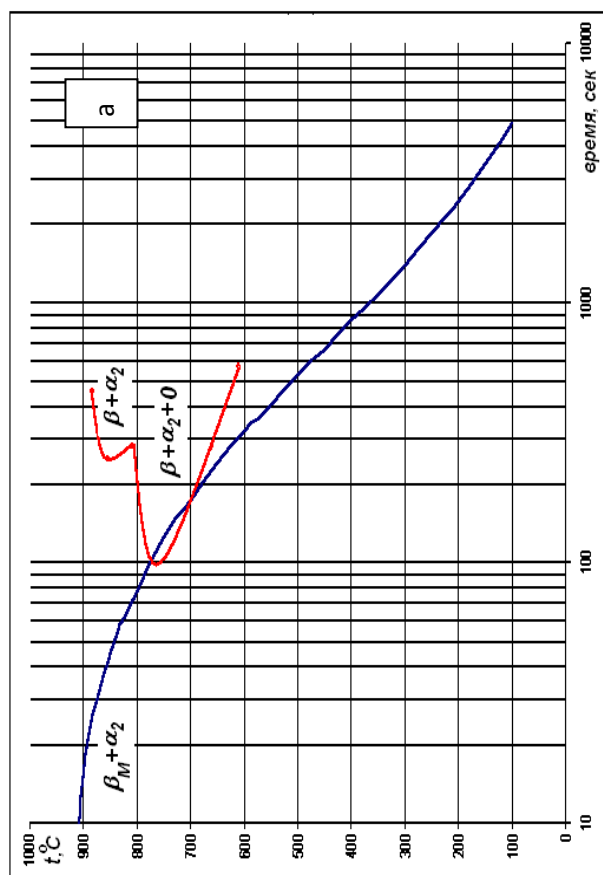


Рисунок 1.75 Модельные диаграммы распада, совмещенные с реальными термограммами охлаждения, расход гелия 3 л/мин.

Исходя из полученных данных, скорость охлаждения при обработке $T=950^{\circ}\text{C}$ ($T_{\text{пп}}-40^{\circ}\text{C}$), недостаточна для фиксации высокотемпературного состояния. Скорость охлаждения с нагрева 900°C ($T_{\text{пп}}-90^{\circ}\text{C}$), при расходе 3 л/мин, близка к критической. В случае нагрева 850°C ($T_{\text{пп}}-140^{\circ}\text{C}$) расход гелия можно понизить до 1,2 л/мин.

Для экспериментальной определения положения смоделированных линии начала превращения β -твердого раствора и проверки полученных зависимостей были проведены 3 эксперимента по охлаждению образцов фольги при: $T_{\text{н}}=950^{\circ}\text{C}$, расход гелия - 3л/мин; $T_{\text{н}}=900^{\circ}\text{C}$, расход - 3л/мин; $T_{\text{н}}=850^{\circ}\text{C}$, расход - 1,2л/мин с последующим исследованием тонкой структуры образцов после охлаждения. Электрономикроскопические исследования подтвердили, что охлаждение с $T_{\text{н}}=950^{\circ}\text{C}$ сопровождается распадом метастабильного твердого раствора с выделением дисперсных частиц О-фазы. На электронограмме наблюдаются интенсивные тяжи. В свою очередь при охлаждении других температур β -фаза остается не распавшейся, даже при пониженном расходе гелия ($T_{\text{н}}=850^{\circ}\text{C}$).

Таким образом, был сделан вывод, что смоделированные на основании теоретических положений линии начала превращения на термокинетических диаграммах для сплава ВТИ-4 прошли первую экспериментальную проверку и, достаточно точно отражают протекающие в сплаве процессы при непрерывном охлаждении в температурном интервале $850-950^{\circ}\text{C}$. Это было использовано при разработке технологических процессов термической обработки данного сплава.

По пункту 5. Совершенно очевидно, что предложенная и реализованная технология несмотря на положительный результат обладает рядом недостатков.

Во-первых, сложность реализации, связанная с большим количеством технологических процессов. В основном это касается промежуточных вакуумных отжигов. Эта операция является дорогостоящей, поскольку требует расхода гелия при охлаждении и дополнительной загрузки энергоемкого оборудования. Также при отжиге возможно окисление поверхности.

Во вторых, суммарная степень обжатия при первой холодной прокатке была на уровне 10%, ее проведение непосредственно сразу после пакетной прокатки нерационально.

Исходя из этого необходимо скорректировать технологию получения тонкомерных полуфабрикатов из сплава ВТИ4 на данном этапе обработки для подавления процессов выделения низкотемпературных выделений, а так же уменьшения количества переделов. Для обеспечения этих требований предложены следующие рекомендации по корректировке параметров и совершенствованию технологии получения ленты и фольги из сплава ВТИ4:

- заменить первую холодную прокатку и вакуумный отжиг (СО1) на совмещенный отжиг, проводимый непосредственно в пакете после горячей прокатки без охлаждения до комнатных температур;

- промежуточный отжиг производить при температуре 870°C. На основании предыдущих исследований (смотри отчет за 2-й этап) установлено, что, при использовании температурного диапазона отжига 850-900°C, формирующаяся структура обеспечивает хорошую деформируемость в холодном состоянии. Соответственно применение «промежуточной» температуры в этом диапазоне обеспечивает «устойчивость» технологии к температурным колебаниям на производстве;

- отжиг, совмещенный с деформацией, также проводить при температуре 870°C;

- степень деформации при ХП1 увеличить с 10% до 60%;

- ХП3 не проводить, поскольку первая и вторая холодные прокатки должны обеспечить ИПД, обеспечивающую получение ленты (после ХП1) и фольги (после ХП2) требуемой толщины.

Общая схема новой обработки приведена на рисунке 1.76.

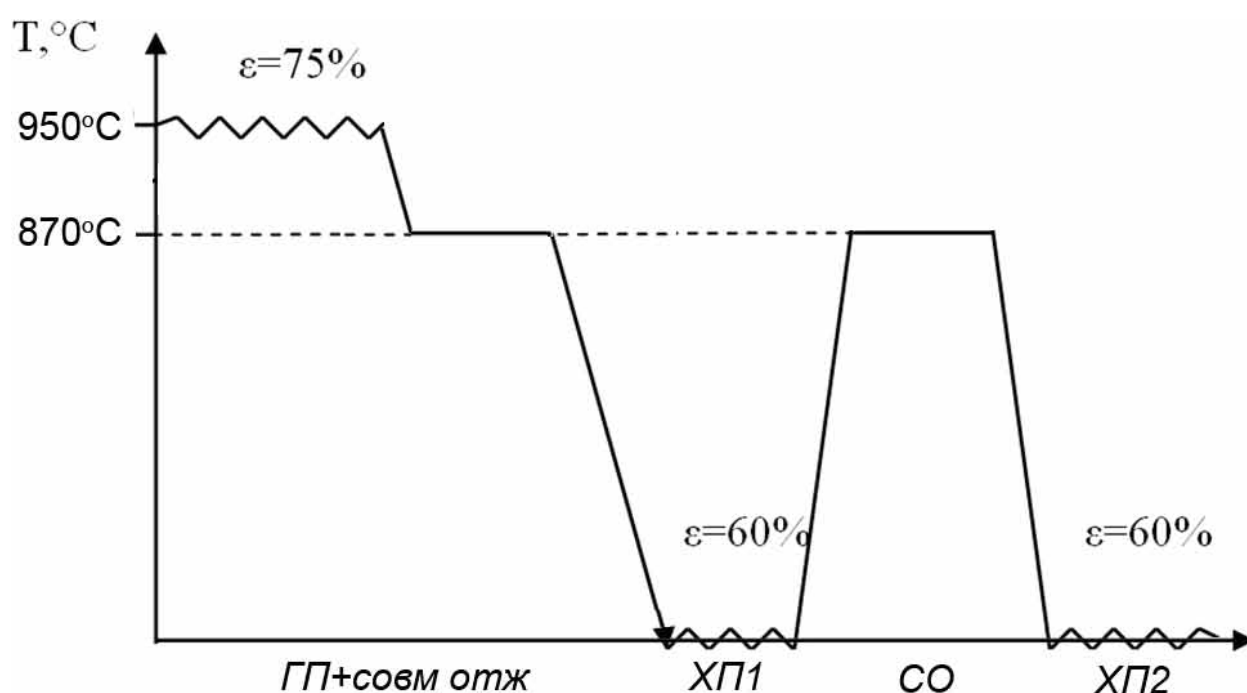


Рисунок 1.76 Рекомендуемая схема получения ленты и фольги из сплава ВТИ-4

Рекомендованная технологическая схема получения тонкомерных полуфабрикатов (ленты, фольги) из сплава ВТИ4 была предложена для опытного опробования на ОАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА». После согласования с научно-техническими работниками предприятия общая цепочка обработки сплава от слитка до фольги представилась в виде следующей последовательности операций:

- горячая деформация слитка в температурном интервале 1150...1250°C ковкой в плиту (сляб) толщиной 45 мм;
- удаление мехобработкой со сляба газонасыщенного слоя и последующая горячая прокатка сляба от установочной температуры нагрева 1060°C в полосу толщиной 9-10 мм;
- удаление газонасыщенного слоя обработкой в щелочном расплаве и травлением в кислотном растворе смеси $\text{HF} + \text{HNO}_3$;
- вакуумный отжиг при температуре 850 C, 1 час для исключения возможного наводороживания металла при травлении провели;
- прокатка полосы на двухвалковом стане (диаметр валков 500 мм) от установочной температуры 900°C до толщины 3,5 мм
- удаление с полосы газонасыщенного слоя пескоструйной обработкой и шлифованием;
- пакетная горячая прокатка листов сечением 3 мм от установочной температуры нагрева 950°C на двухвалковом стане (диаметр валков 500 мм) с суммарной степенью деформации 75% до толщины заготовок 0,6 мм;
- отжиг неразобранного пакета в обычной электропечи при температуре 950°C, время отжига 20 мин;
- разборка пакета после отжига и последующая шлифовка поверхности заготовок до удаления газонасыщенного слоя;
- первая холодная прокатка заготовки в ленту на шестивалковом стане со степенью деформации 60 % (ХП 1);
- смягчающая термическая обработка (СО) в вакуумной печи при температуре 870°C.
- вторая холодная прокатка заготовки (ХП 2) на шестивалковом стане со степенью деформации 60 % на фольгу с конечной толщиной 80 мкм.

Схема получения фольги показана на рисунке 1.77.

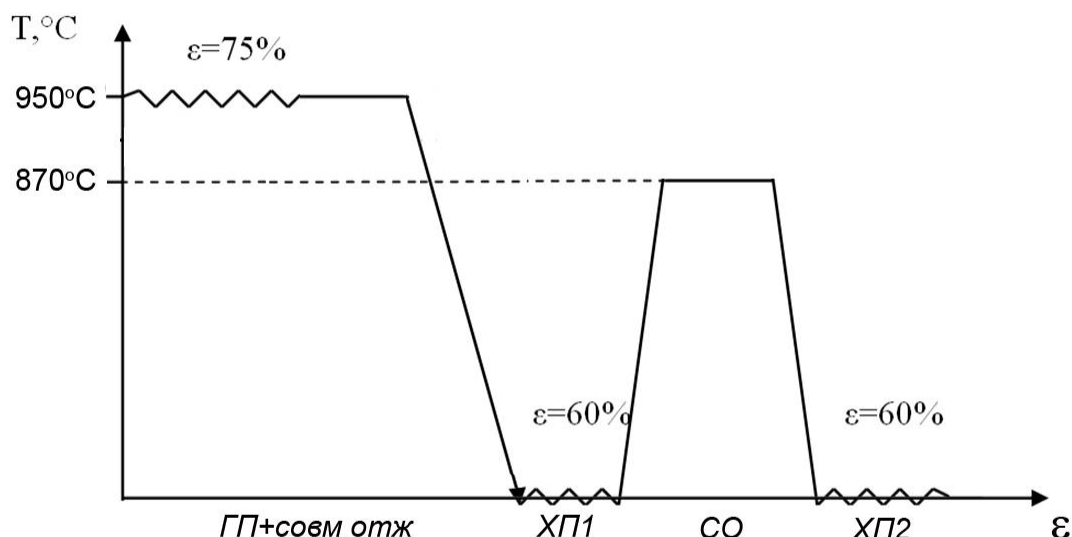


Рисунок 1.77 Схема получения ленты (до СО) и фольги (после ХП2) из 3 мм горячекатаного листа из сплава ВТИ-4

Очевидно, что приведенная схема отличается от рекомендованной по температуре отжига совмещенного с деформацией. Оптимальной температурой отжига является температура 870°C. Однако проведение такого отжига требует наличия в прокатном цехе предприятия дополнительной печи, нагретой на температуру 870°C, рядом с прокатным станом, чего нет в реальных производственных условиях. Поэтому, исходя из реалий производства, пришлось использовать температуру, равную температуре нагрева под деформацию, 950°C. Моделирование условий охлаждения в пакете (по аналогии с рассмотренным в отчете 2 для фольги) показал, что скорость охлаждения пакета с 950°C будет ниже, чем скорость охлаждения фольги при СО1 950°C. Соответственно в материале также должна присутствовать структура распада β -фазы. Однако, не смотря на это, горячекатаный лист показал достаточно хорошую деформируемость, и был прокатан со степенью деформации 60% без разрушения. Это связано с тем, что в условиях более замедленного, чем было реализовано на фольге, распад β -фазы идет в области достаточно высоких температур 750...800°C с образованием большого количества выделений типа II, что способствует обеднению β -фазы алюминием, обеспечивая в конечном итоге сохранения высокой пластичности и в холодном состоянии.

Таким образом, после первой холодной прокатки получен полуфабрикат в виде ленты толщиной 200 мкм, а после двух прокаток получена фольга толщиной 80мкм с наибольшим полученным размером 120х600х0,08 мм. Максимальные ширина и длина фольги лимитировалась размером исходной ленты.

По пункту 7. Хотя обычно ИПС (искровой плазменный синтез, SPS) установки используются для агломерации порошковых материалов, в настоящем исследовании

изучалась возможность создания слоистого материала на основе интерметаллида титана. Образцы для спекания представляли собой стопки чередующихся фольг интерметаллида титана и алюминия общей толщиной 3 мм. Диффузионная сварка проводилась в вакууме под нагрузкой 60МПа на установке SPS 515. по представленным на рисунках 1.78, 1.79 режимам.

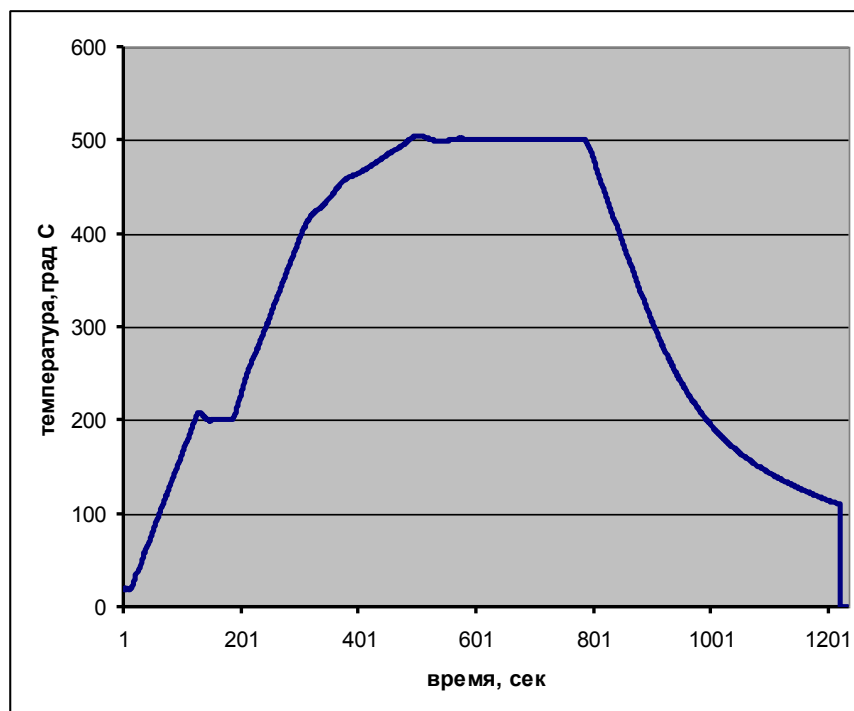


Рисунок 1.78. Температурно-временной режим диффузионной сварки слоистого композита ВТИ4-А1

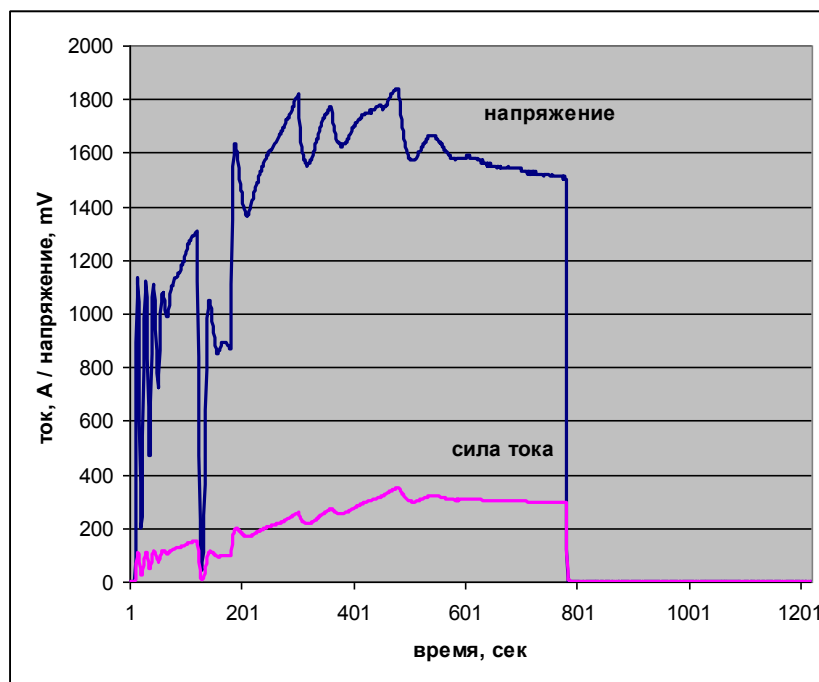


Рисунок 1.79. Режимы изменения напряжения тока (а) и уплотнения образца (б) в ходе диффузионной сварки слоистого композита ВТИ4-А1

В соответствии с рисунком 1.78 температурно–временной режим сварки включал нагрев со скоростью 2°C/сек до 200°C, выдержку 5 минут, нагрев со скоростью 2°C/сек до 500°C, выдержку 6 минут, неконтролируемое охлаждение. Все стадии процесса осуществлялись в вакууме. Температура спекания была ниже температуры плавления алюминия и его возможных эвтектик. Было получено монолитное многослойное соединение (рисунок 1.79), которое затем подвергалось исследованию.

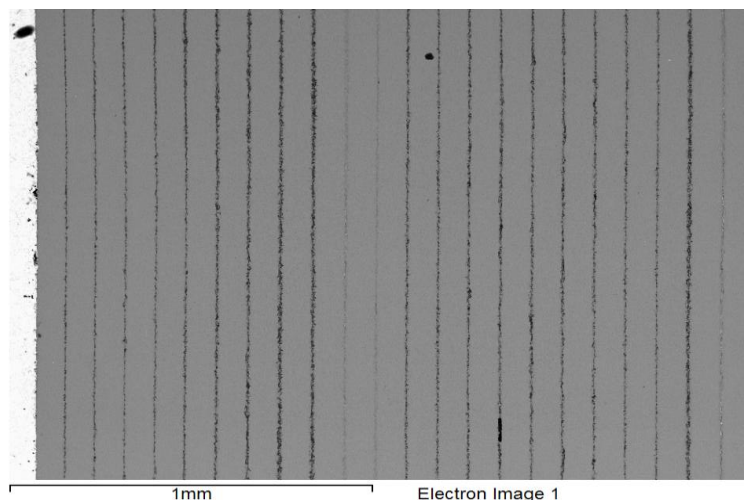
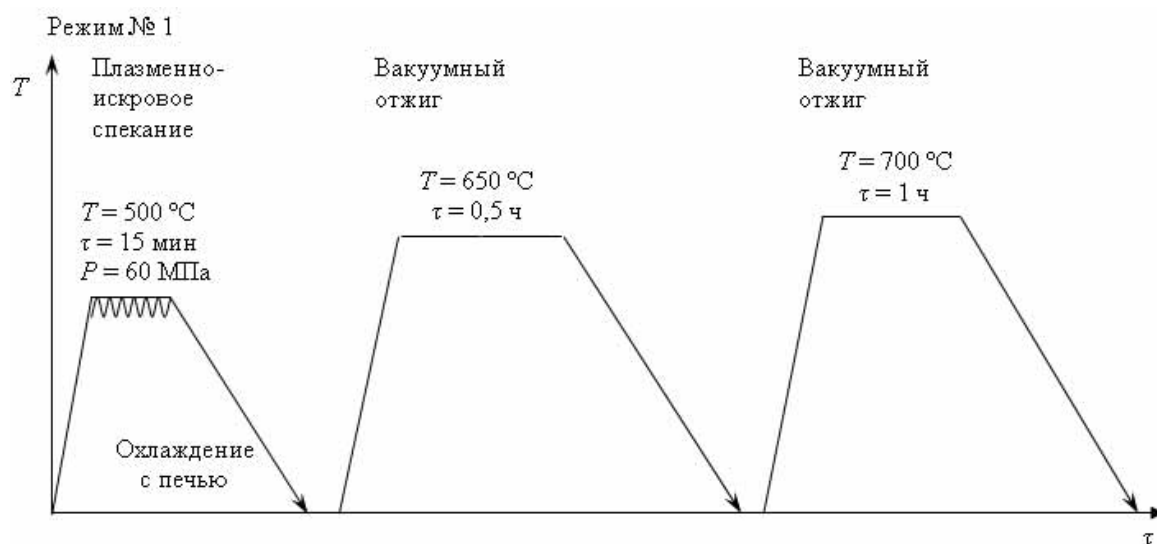


Рисунок 1.79 Поперечное сечение макета композита ВТИ4-Al, полученного методом SPS
(2 средних слоя спечены без алюминиевых прослоек)

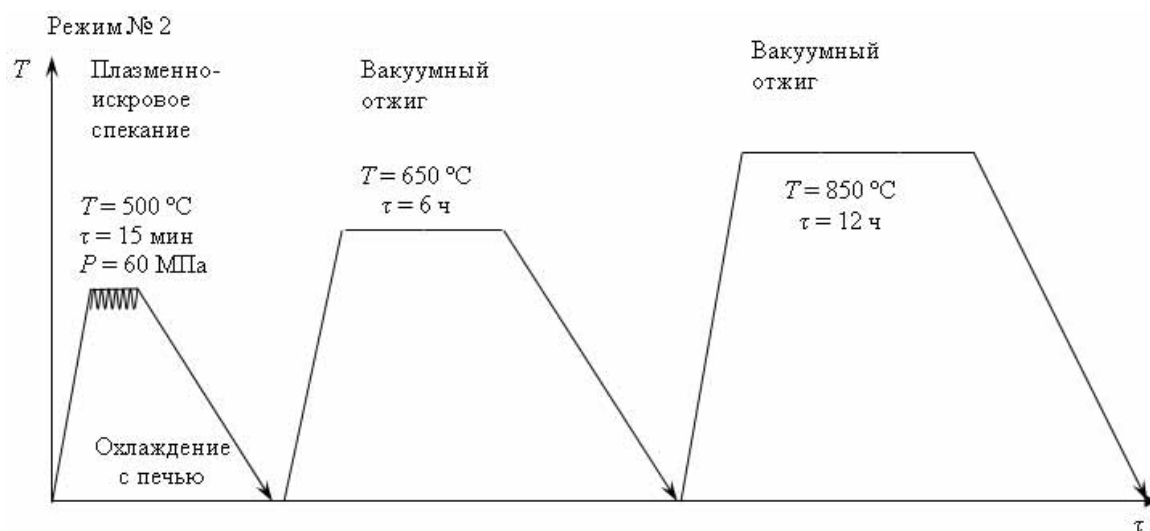
На рисунке 1.80 приведена общая схема получения и последующей термообработки образцов. Вакуумный отжиг производился в два этапа. Температура первого этапа была ниже температуры плавления алюминия и составляла 650 °C – ниже температур перитектик Al-Ti и Al-Nb, отжиг проводился в течении 0,5; 2,5 и 6 ч. Обнаружено, что при всех выдержках идет активное перераспределение титана в алюминий с образованием интерметаллидной фазы Al_3Ti , однако при выдержках 0,5 и 2,5 ч в толстых прослойках остаются зоны чистого алюминия (рисунок 1.81), в то время, как при выдержке в 6 ч таких зон не обнаружено (рисунок 1.82).

Расчет и анализ структуры показал, что процесс перехода $Al \rightarrow Al_3Ti$ полностью завершается в течение 2,5 ч в случае толщины алюминиевой фольги менее 9 мкм и в течение 6 ч при толщине фольги в 15 мкм. Повышение температуры отжига до 700 °C (рисунок 1.83) – выше температуры плавления алюминия – сопровождалось порообразованием и показало недопустимость такой обработки до полного завершения перехода $Al \rightarrow Al_3Ti$.

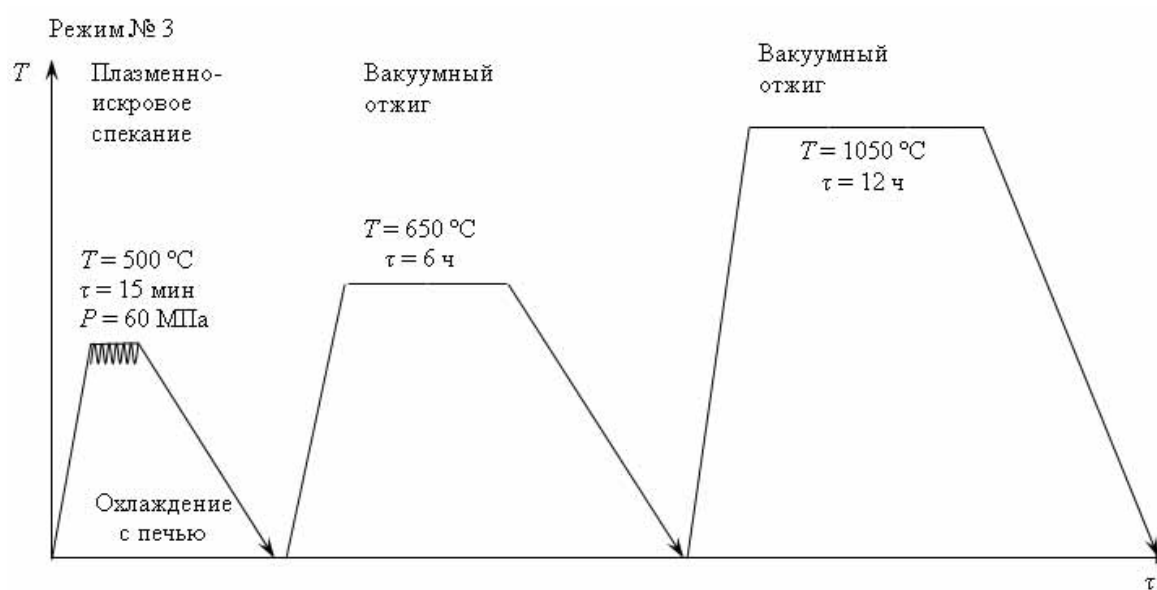
Второй этап отжига производился после 6-часовой выдержки при температуре 650°C в двух диапазонах температур: при температуре отжига 850 °C – ниже $T_{\text{пл}}$ сплава ВТИ-4 и при температуре 1050 °C – выше $T_{\text{пл}}$ сплава ВТИ-4. Время выдержки при данных температурах также варьировалась и составляла 1; 5 и 12 ч. На полученных образцах также было произведено определение структурного, химического и фазового составов.



а



б



в

Рисунок 1.80 Схема получения и последующей термообработки изучаемых образцов

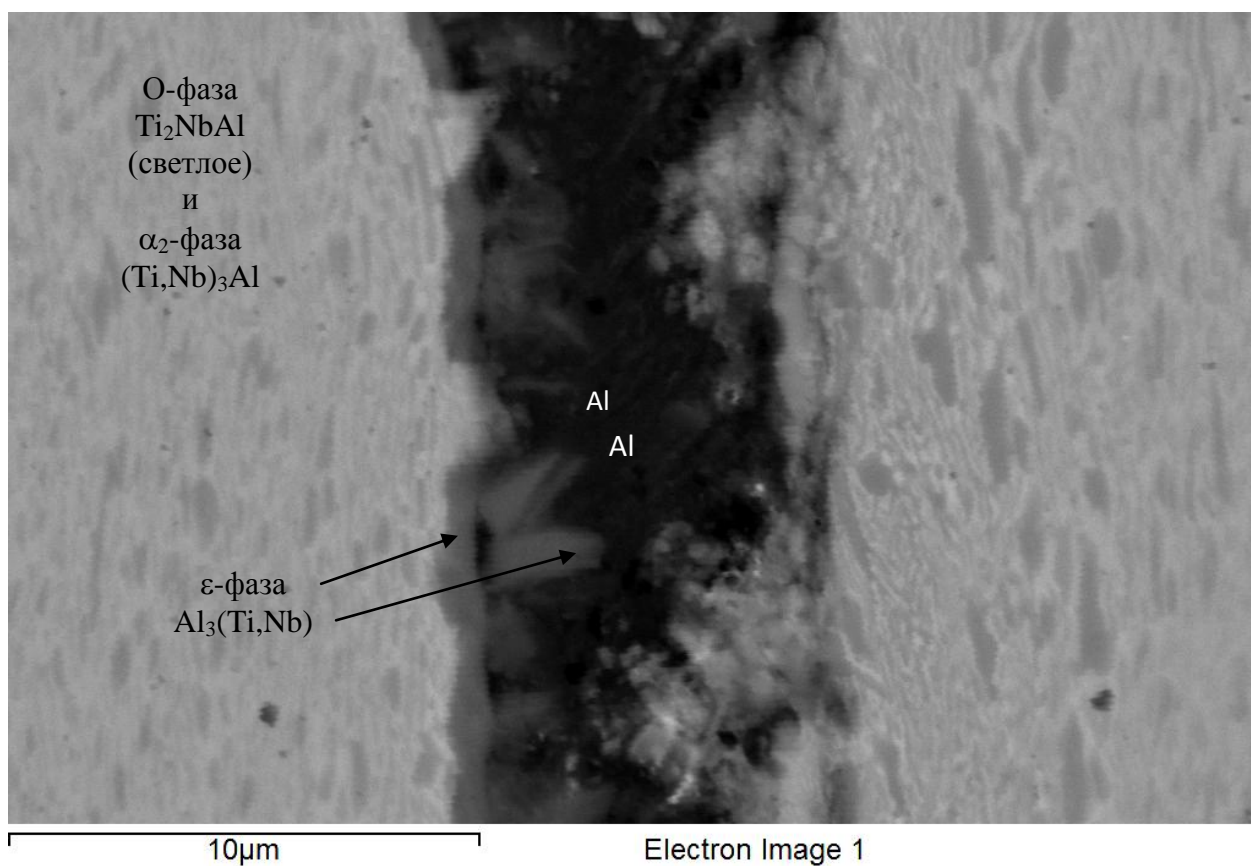


Рисунок 1.81 Микроструктура спеченного образца после отжига 650 °С в течении 0,5 ч

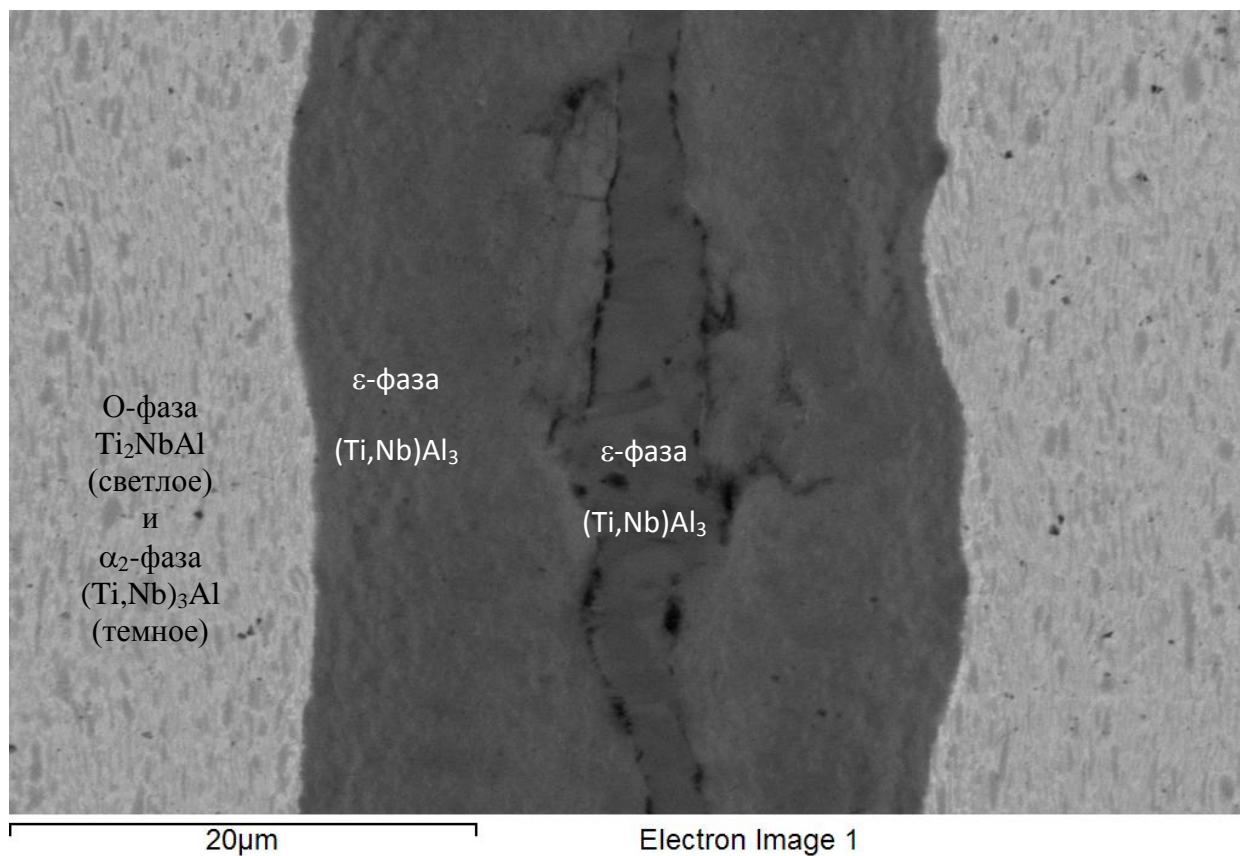


Рисунок 1.82 Микроструктура спеченного образца после отжига 650 °С в течение 6 ч

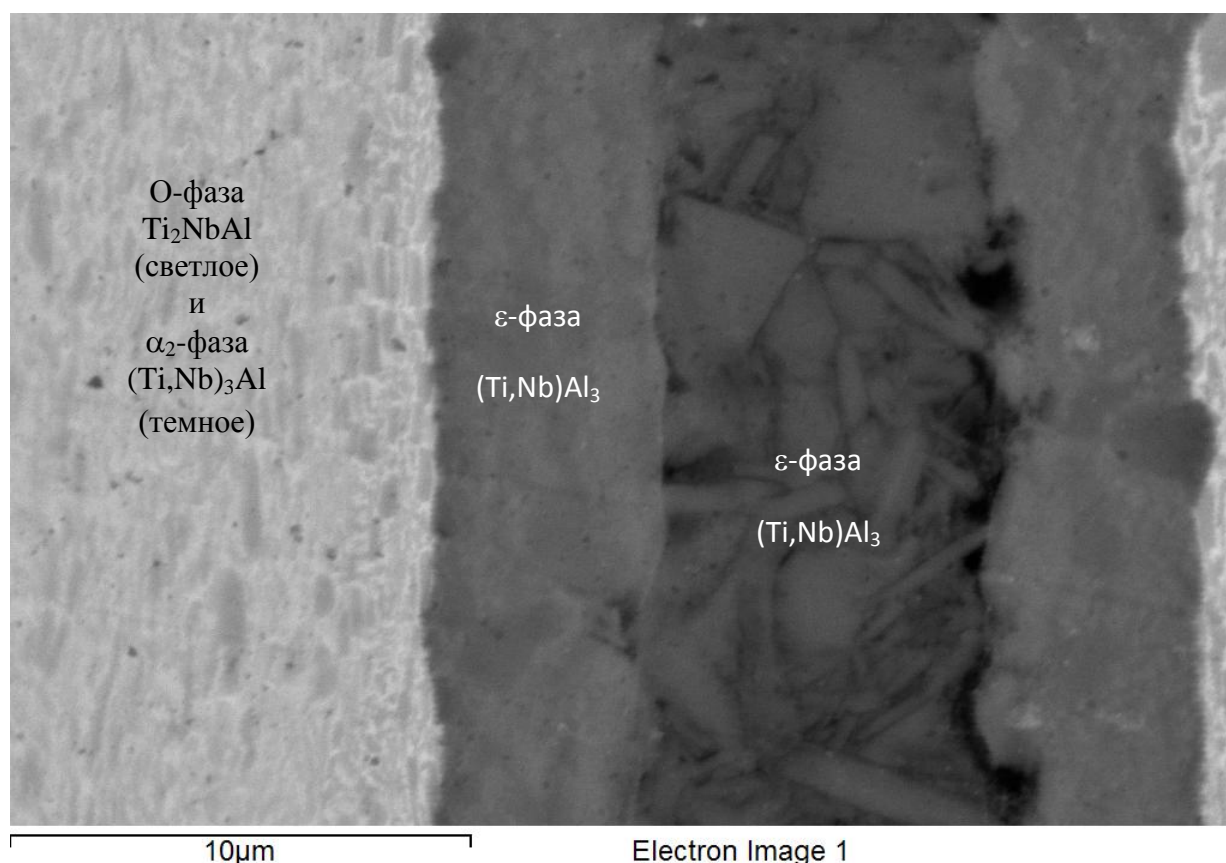


Рисунок 1.83 Микроструктура спеченного образца после двойного отжига:
650 °С в течение 0,5 ч и 700 °С в течении 1 ч

При отжиге 850 °С диффузионная зона распространяется на 20 мкм. В центральных слоях интерметаллидной фольги фиксируется фазовый и структурный состав, характерный для отжига 850 °С (рисунок 1.84). Наблюдаются темные выделения α_2 -фазы в более светлой матрице, представляющей собой смесь О и β фаз.

При приближении в сторону шва содержание алюминия несколько повышается. В возникшем монофазном слое содержание ниобия около 20 ат. %. Соответственно такая прослойка может быть только интерметаллидным соединением типа Ti_2NbAl (О-фаза). По-видимому, следует признать возможность существования этой фазы при температуре 850 °С, что противоречит работам последних лет, посвященных исследованию сплавов на основе О-фазы. Хотя в более ранних работах подтверждалась возможность существования О-фазы в данном температурном диапазоне. Прослойка О-фазы имеет четко выраженную границу раздела, которая ориентирована вдоль фронта перераспределения элементов.

Следующий слой представляет собой смесь двух фаз, одна из которых на изображении имеет светлую окраску, вторая – темную. Причем граница раздела между этими фазами в основном расположена поперек фронта перераспределения. Стоит отметить, что по границам

этих зон имеются монофазные прослойки: α_2 – со стороны интерметаллидной фольги и σ – со стороны шва. Состав светлой фазы $\text{Ti}_{37}\text{-Al}_{33}\text{-Nb}_{30}$, что согласно тройной диаграмме (рисунок 1.85) отвечает σ -фазе; состав темной фазы $\text{Ti}_{56}\text{-Al}_{30}\text{-Nb}_{14}$ попадает в область существования α_2 -фазы. Проблема состоит в том, что обе эти фазы не попадают в линию перераспределения, а расположены симметрично с обеих сторон от такой линии. Отсутствие закалки в процессе получения образцов не позволяет однозначно трактовать характер их образования. Возможны два варианта:

а) эти фазы образовались в результате распада третьей высокотемпературной фазы, попадающей в линию распределения – β' -фазы;

б) возникновение этих фаз непосредственно при отжиге. В этом случае схема фазовых изменений можно представить на диаграмме (рисунок 1.85).

Возникший со стороны алюминиевой прослойки слой σ -фазы обогащен по ниобию. Возникновение следующего α_2 -слоя, наоборот с пониженным содержанием ниобия, создает условия для дальнейшего роста существующей σ -фазы. Учитывая, что содержание алюминия в обеих фазах практически одинаково, то, при условии перераспределения ниобия вдоль общего фронта роста, возможен одновременный рост этих двух фаз. Это явление мы наблюдаем на рисунке 1.84.

Образование следующего О-слоя возможно как из α_2 , так и из σ -фазы. Фазы, обозначенной на тройной диаграмме как τ , не обнаружено. Следующей фазой по направлению к шву является γ -фаза. Толщина γ -прослойки составляет около 2 мкм.

Следующий слой, распространяющийся вплоть до шва, не является монофазным, и его средний химический состав соответствует фазе ε $(\text{Ti,Nb})\text{Al}_3$, из которой согласно при охлаждении выделяется η -фаза $(\text{Ti,Nb})\text{Al}_2$ и проявляется в зоне распада в виде темных выделений.

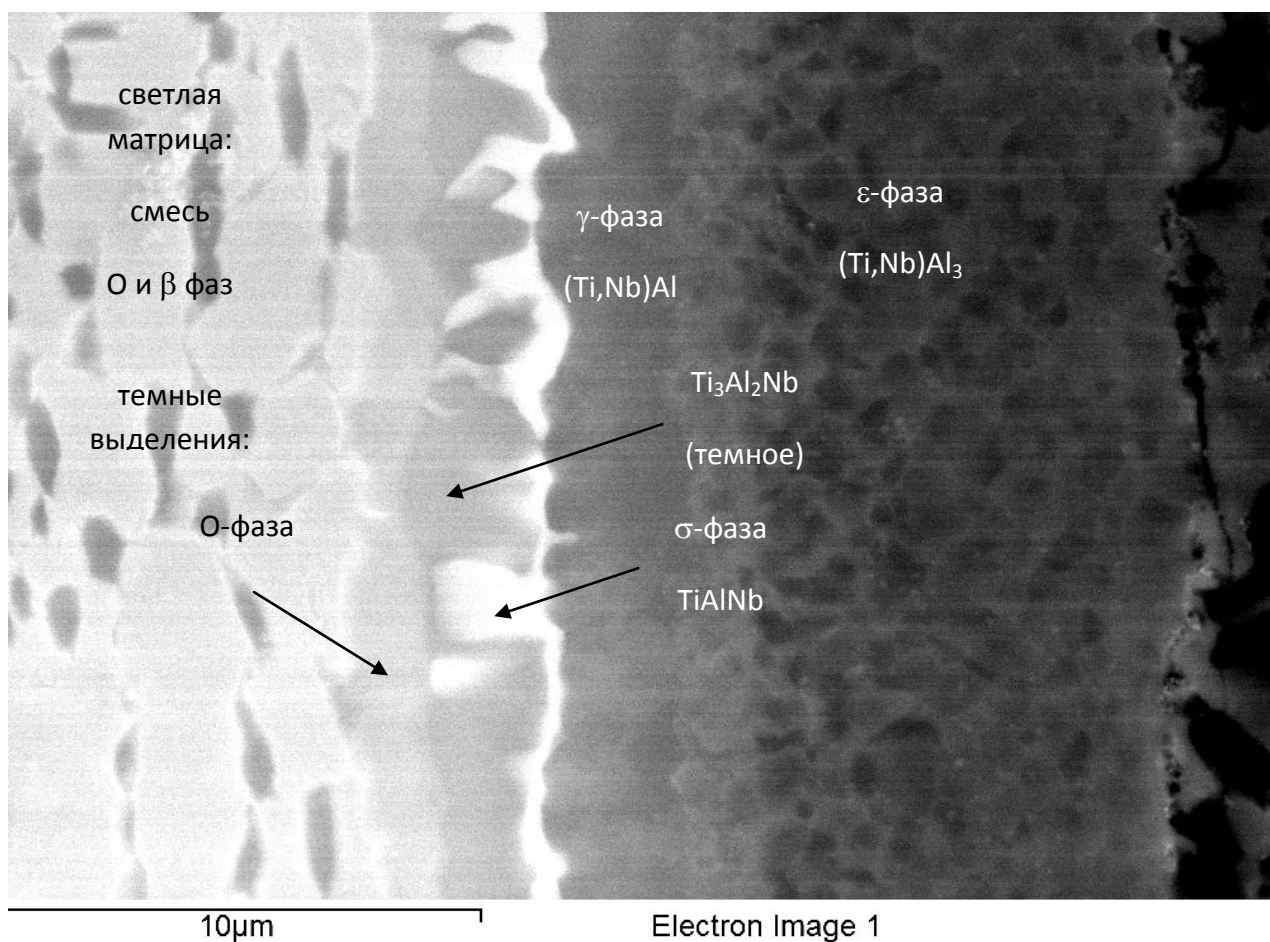
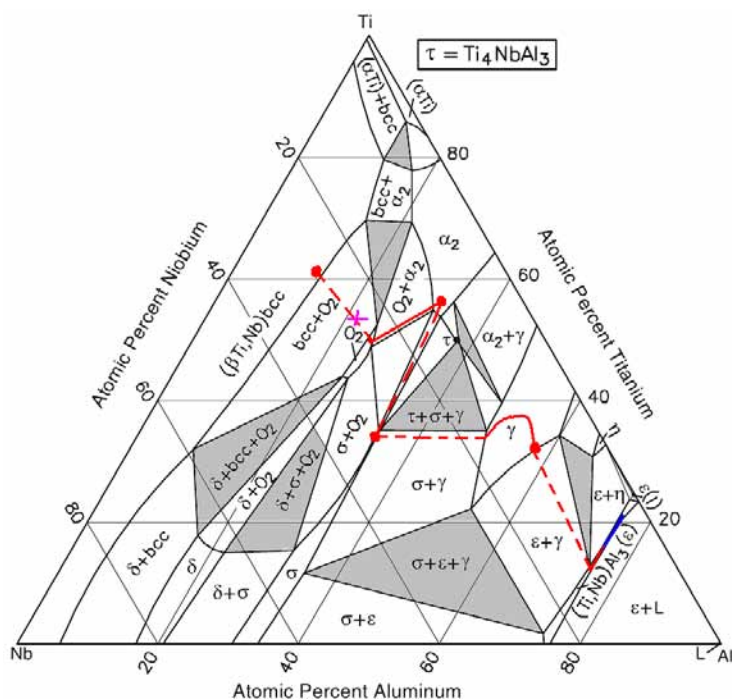


Рисунок 1.84 Микроструктура спеченного образца после отжига 850 °C

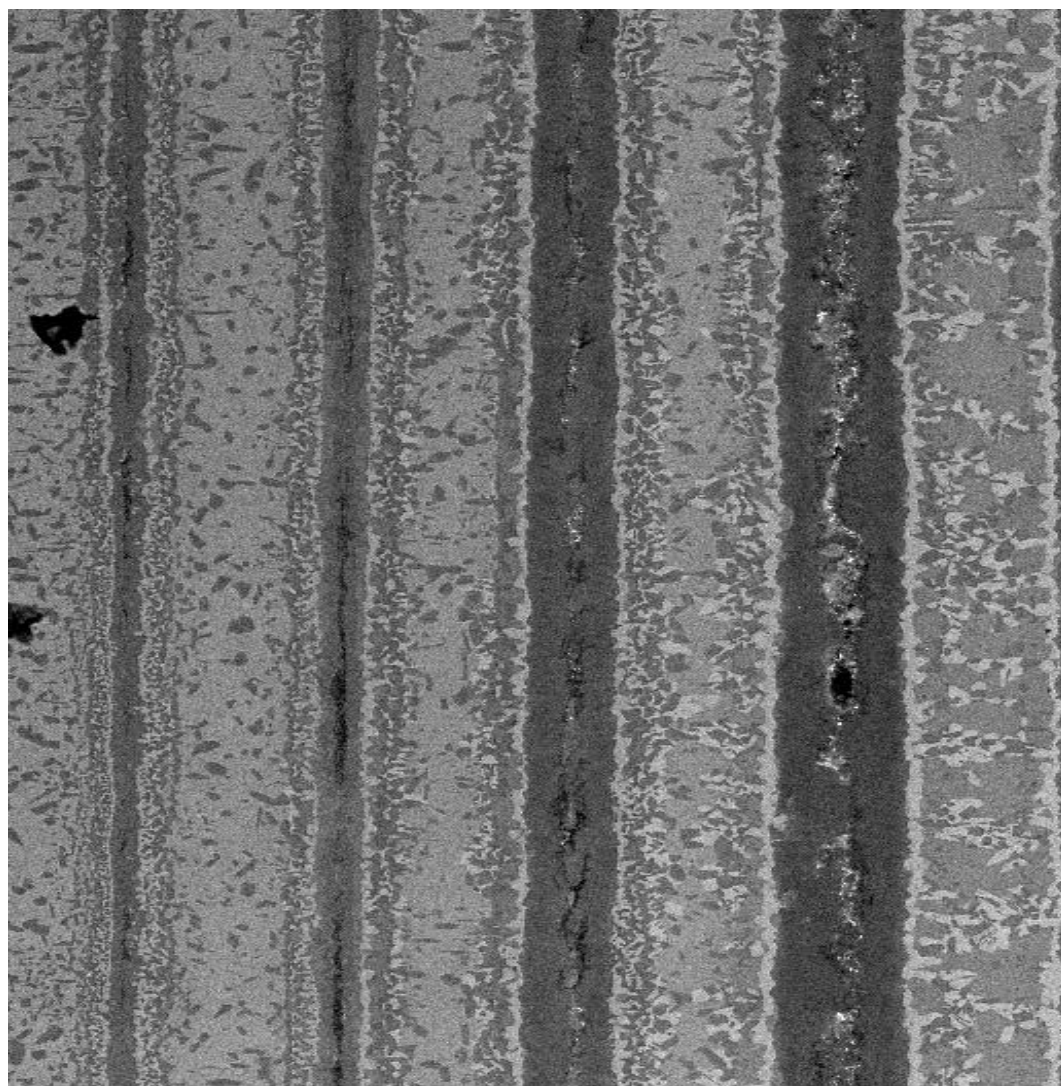


красный цвет – диффузионный путь; синий – средний химический состав центра бывшей алюминиевой фольги; фиолетовый – химический состав в центре бывшей интерметаллидной фольги

Рисунок 1.85 Изотермический разрез при 850 °C [54]

Отжиг 1050 °С

Данный отжиг проводился на комбинированном образце с переменной толщиной прослоек алюминия. Общая картина структуры образца представлена на рисунке 1.86, где прослеживается существенное различие структурного и фазового составов слоев в зависимости от исходной толщины прослойки алюминия. Наиболее толстой прослойке присвоен номер *I*, последующим – *II*, *III*, *IV* (соответственно).



IV

III

II

I

Номера слоев

Рисунок 1.86 Микроструктура спеченного образца после отжига 1050 °С

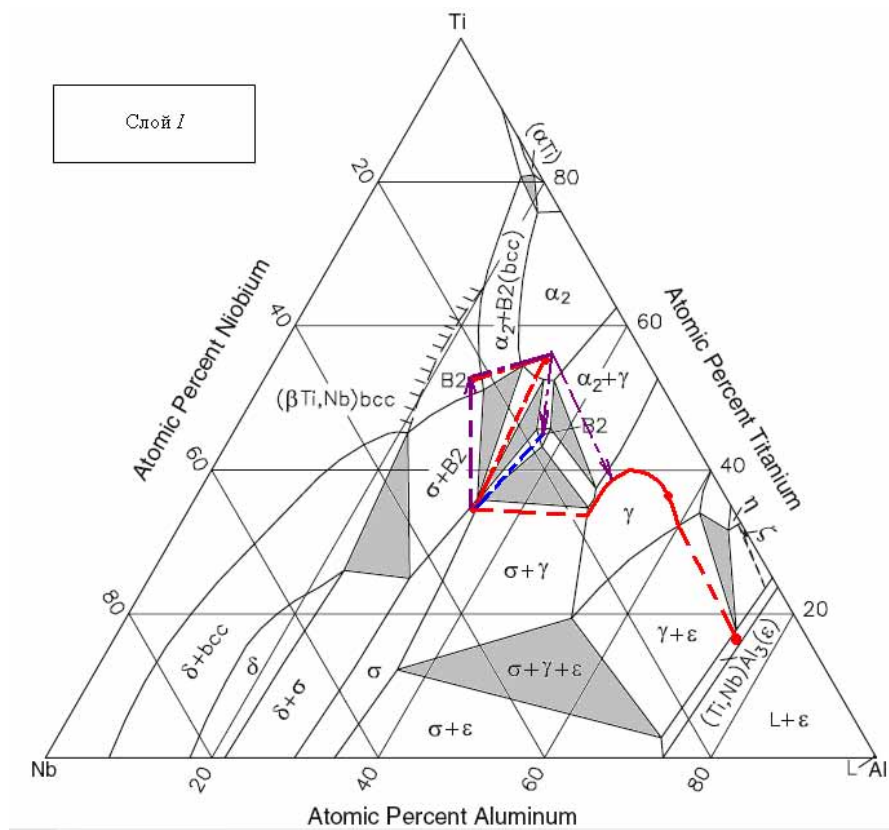


Рисунок 1.87 Изотермический разрез при 1050 °C [54] (слой I)

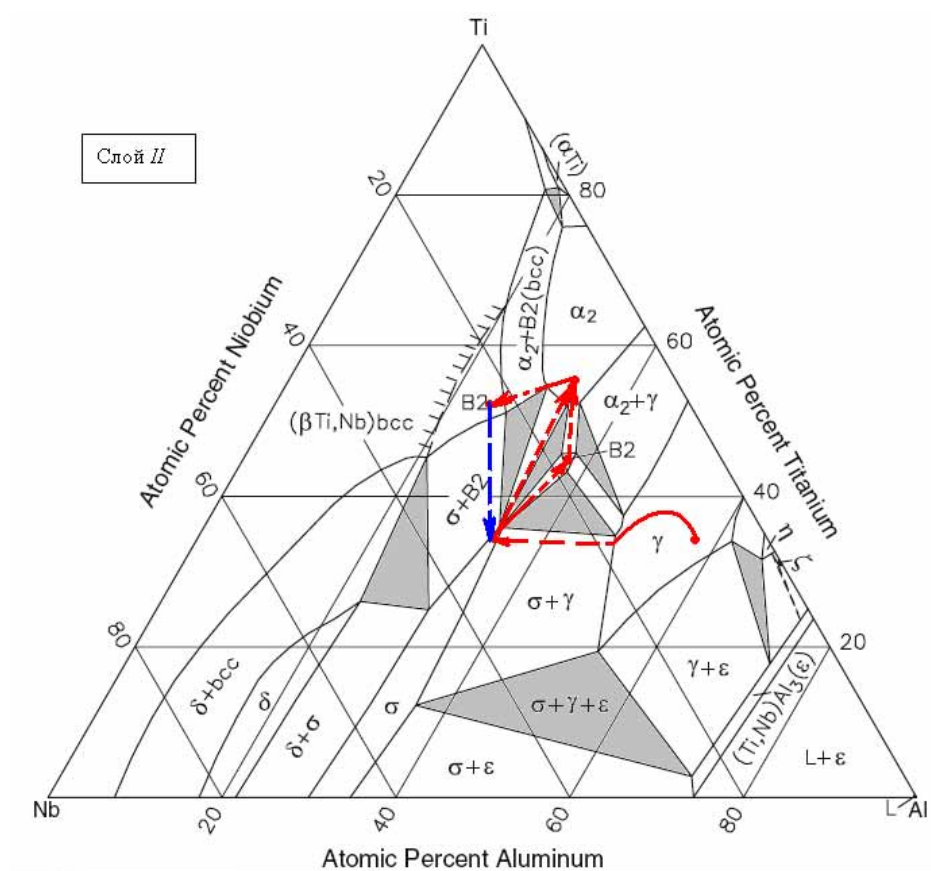


Рисунок 1.88 Изотермический разрез при 1050 °C [54] (слой II)

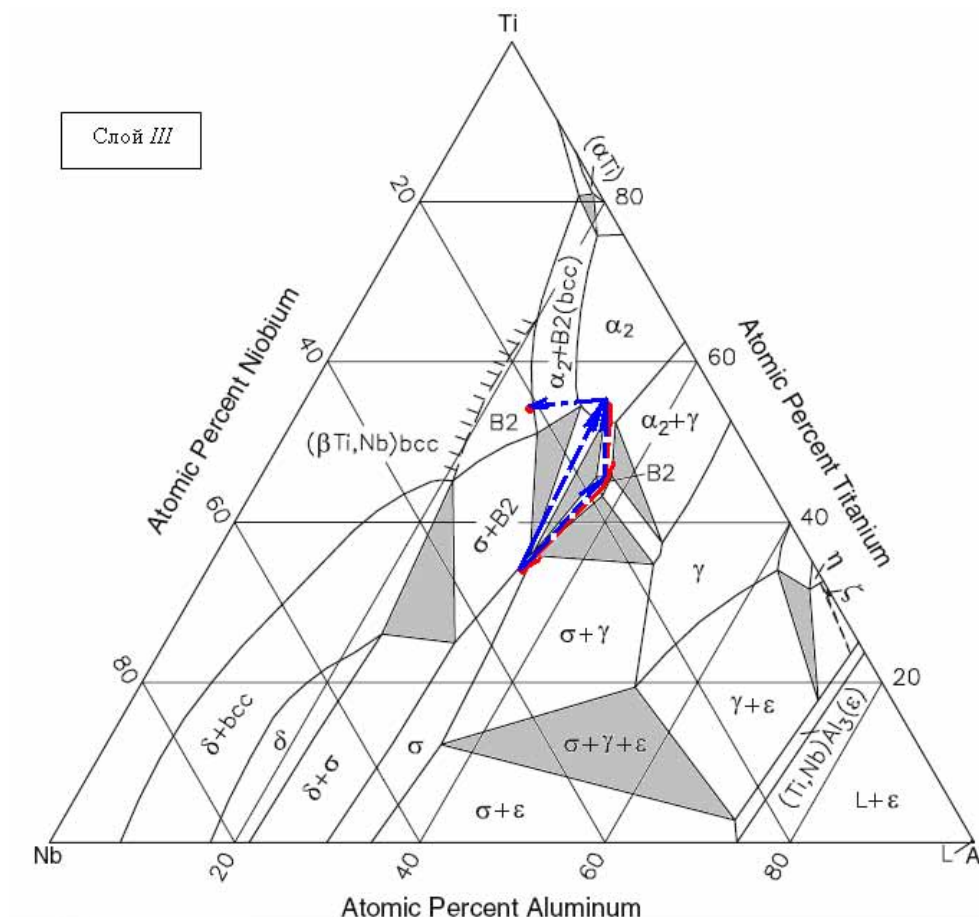


Рисунок 1.89 Изотермический разрез при 1050 °C (слой III)

Изменение фазового состава слоя I (рисунок 1.90). Средний химический состав при 1000 °C соответствует тройной области B2 + γ + α_2 .

Среднее количество алюминия в центре исходной интерметаллидной фольги повысилось с 22 до 32 ат. %, т.е. произошло смыкание встречных диффузионных потоков. Существование β (B2)-фазы в этих условиях невозможно и является близким к предельному для α_2 -фазы с высоким содержанием ниобия. По мере продвижения от центра в сторону шва количество алюминия остается практически неизменным. Все присутствующие фазы содержат примерно одинаковое количество алюминия – 1/3 по стехиометрическому составу. Возникновение z -контраста связано только с различным содержанием ниобия. Химический состав светлых участков – $\text{Ti}_{37}\text{-Al}_{33}\text{-Nb}_{30}$ – соответствует σ -фазе, темных участков – α_2 -фазе ($\text{Ti}_{56}\text{-Al}_{30}\text{-Nb}_{14}$) и серых – β' -фазе ($\text{Ti}_{50}\text{-Al}_{33}\text{-Nb}_{17}$). α_2 и σ фазы должны в итоге испытать превращение в B2-фазу при повышении содержания алюминия до 33...35 ат. %. Более того, участки α_2 -фазы, граничащие с γ -фазой, испытывают обратное превращение в β' и σ фазы, содержание алюминия в которых более высокое. В области бывшей алюминиевой прослойки в высокотемпературном состоянии по-прежнему сохраняется ϵ -фаза $(\text{Ti,Nb})_3\text{Al}$, которая претерпевает распад при охлаждении. В целом в слое I процесс выравнивания химического состава еще далек от завершения. Разница в содержании алюминия по границам слоя

достаточно велика, т.е. 72 / 32. При таком соотношении следует ожидать дальнейшего расширения границ γ -слоя в сторону ε -слоя до состояния γ - β' в соотношении 1/3 соответственно.

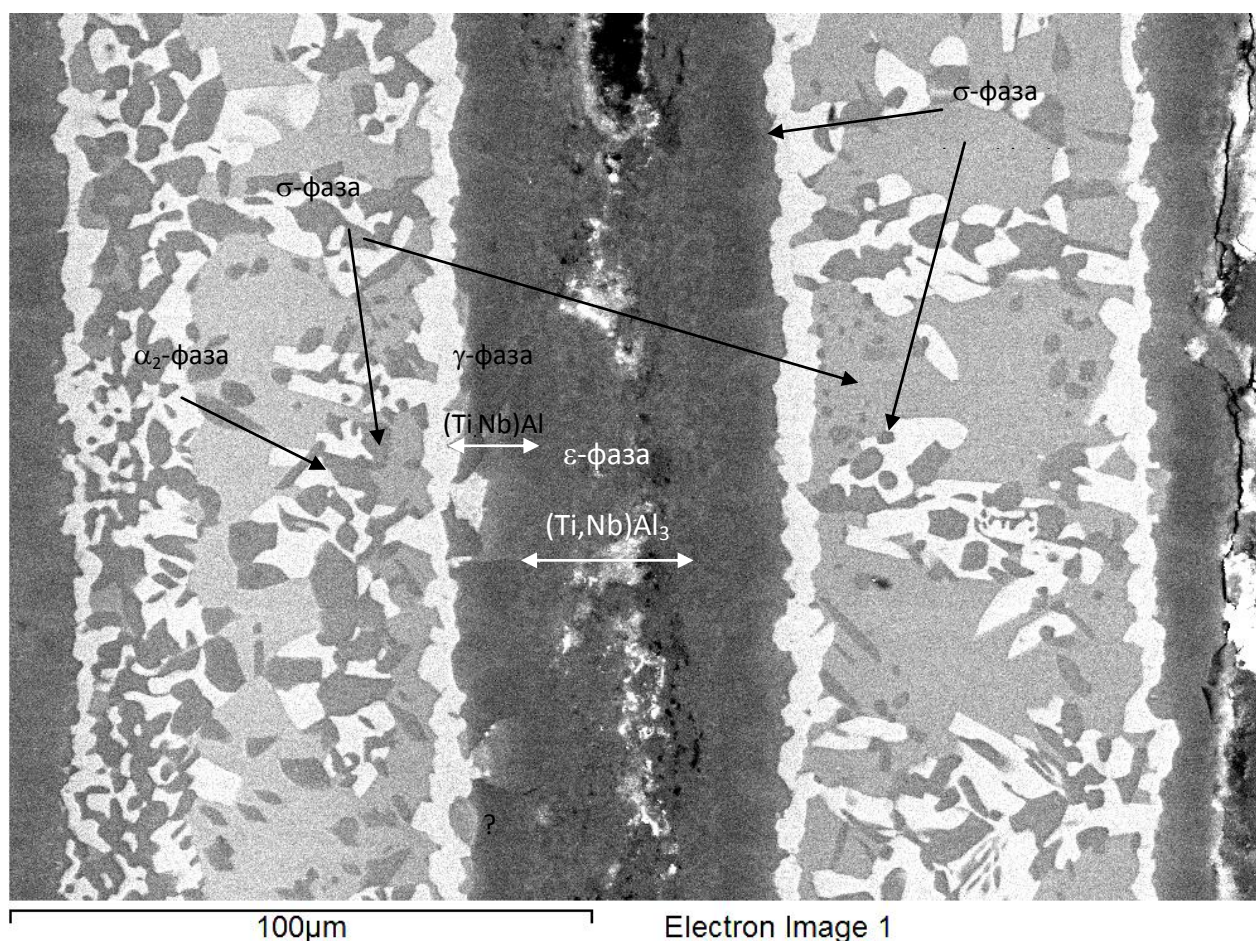


Рисунок. 1.90 Микроструктура слоя I

Изменение фазового состава слоя II (рисунок 1.91). Средний химический состав соответствует β' -фазе, поэтому в равновесном состоянии весь этот слой должен представлять собой β' -фазу. В среднем химическом составе центра интерметаллидной фольги содержится повышенное количество алюминия – 27...28 ат. %, что свидетельствует о том, что поток алюминия достиг центра фольги. Увеличение количества алюминия соответственно приводит к понижению содержания ниобия (до 22 ат. %) и титана. Однако изменение химического состава еще не привело к изменению фазового состава. В высокотемпературном состоянии центр фольги представляет собой β (B2)-фазу, в которой наблюдаются отдельные более темные частицы α_2 -фазы. В низкотемпературном состоянии β -фаза должна претерпевать $\beta \rightarrow \alpha$ превращение. Если рассматривать со стороны алюминия, в слое II диффузионные процессы привели к практически полному исчезновению фазы Ti_3Al за счет ее замены на γ -фазу, и только в самом центре остаются отдельные участки ε -фазы. В свою очередь γ -фаза, согласно среднему химическому составу слоя, должна заместиться на β' -фазу. Этот процесс еще потребует достаточно продолжительного времени, поскольку в центральных слоях γ -фазы количество

алюминия близко к его верхнему предельному содержанию. Продвижение диффузионного фронта, граничащего с В2-фазой, крайне неравномерно. Это вызвано наличием двух вариантов диффузионного перераспределения элементов. Очевидно, что диффузионный путь $\gamma \rightarrow \sigma \rightarrow \alpha_2 \rightarrow \text{В2}$ приводит к более эффективному диффузионному переносу алюминия, чем путь $\gamma \rightarrow \sigma \rightarrow \beta' \rightarrow \text{В2}$.

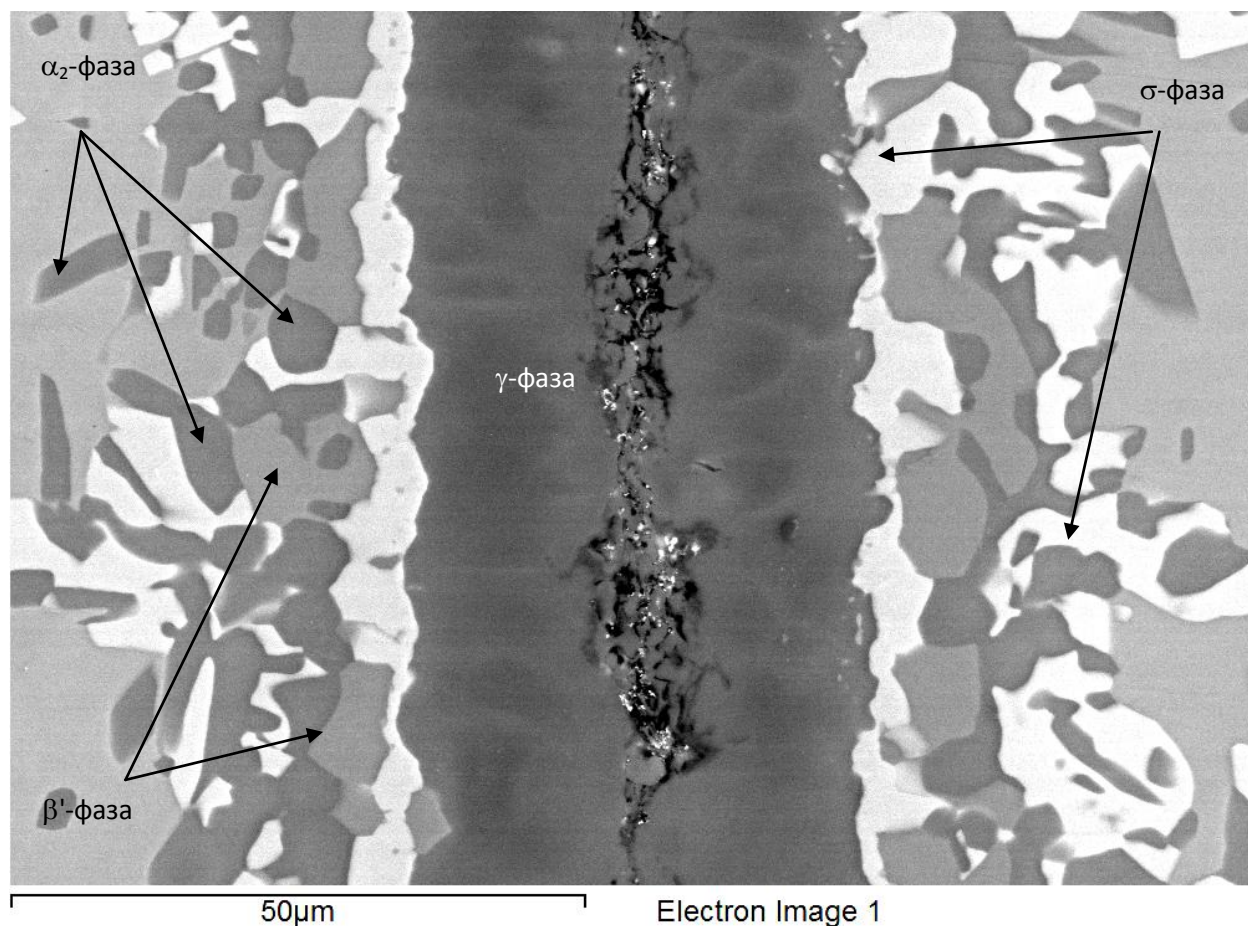


Рисунок. 1.91 Микроструктура слоя II

Изменение фазового состава слоя III (рисунок 1.92). Средний состав слоя в равновесном состоянии будет представлять собой смесь В2 и α_2 фаз с небольшим количеством σ -фазы. В среднем химическом составе центра интерметаллидной фольги содержится повышенное количество алюминия – 25...26 ат. %, что свидетельствует о том, что поток алюминия достиг центра фольги и его содержание находится на линии предельной растворимости в β -фазе при содержании ниобия 23 ат. %. Общий фазовый состав представляет собой смесь четырех фаз: к трем равновесным добавляется еще и β' -фаза. Здесь мы сталкиваемся с интересным фактом: в зоне бывшей алюминиевой прослойки содержание алюминия не является максимальным. Фазовый состав этого участка представляет собой α_2 -фазу. Ее возникновение вызвано тем, что в этом диапазоне содержание ниобия является пониженным и не превышает 14 ат. %. А для существования других оставшихся фаз требуется более высокое содержание Nb. Центральную

α_2 -фазу окружает слой β' -фазы, далее следует ранее образовавшаяся смесь σ и α_2 фаз. Средние слои бывшей интерметаллидной фольги в основном заняты высокотемпературной β -фазой, в которой наблюдаются крупные выделения α_2 -фазы, образование таких выделений произошло, по-видимому, вследствие незначительных температурных колебаний в ходе выдержки, либо они возникли в ходе охлаждения.

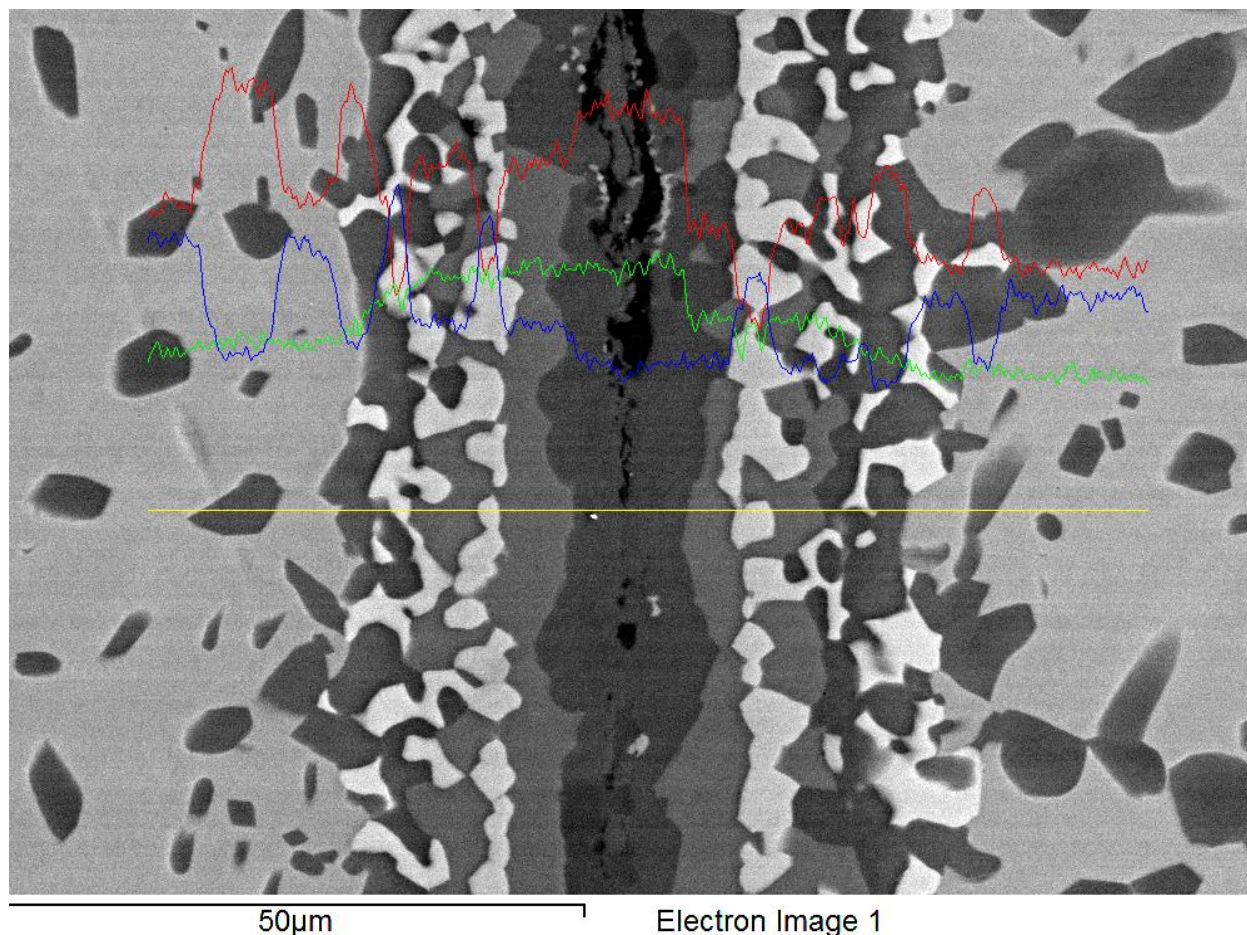


Рисунок. 1.92 Микроструктура слоя III

Изменение фазового состава слоя IV (рисунок 1.93). Средний состав в равновесном состоянии будет представлять собой смесь B2 и небольшого количества α_2 фаз. Данный слой во многом повторяет слой III, но в рассматриваемом случае отсутствует β' -фаза. Прослойка σ -фазы не является сплошной и по всей видимости уже начала растворяться, вследствие того, что не является равновесной для данного состава.

Очевидно, что во всех рассмотренных случаях процесс перераспределения не является завершенным. Наиболее близкими к равновесным являются слои III и IV.

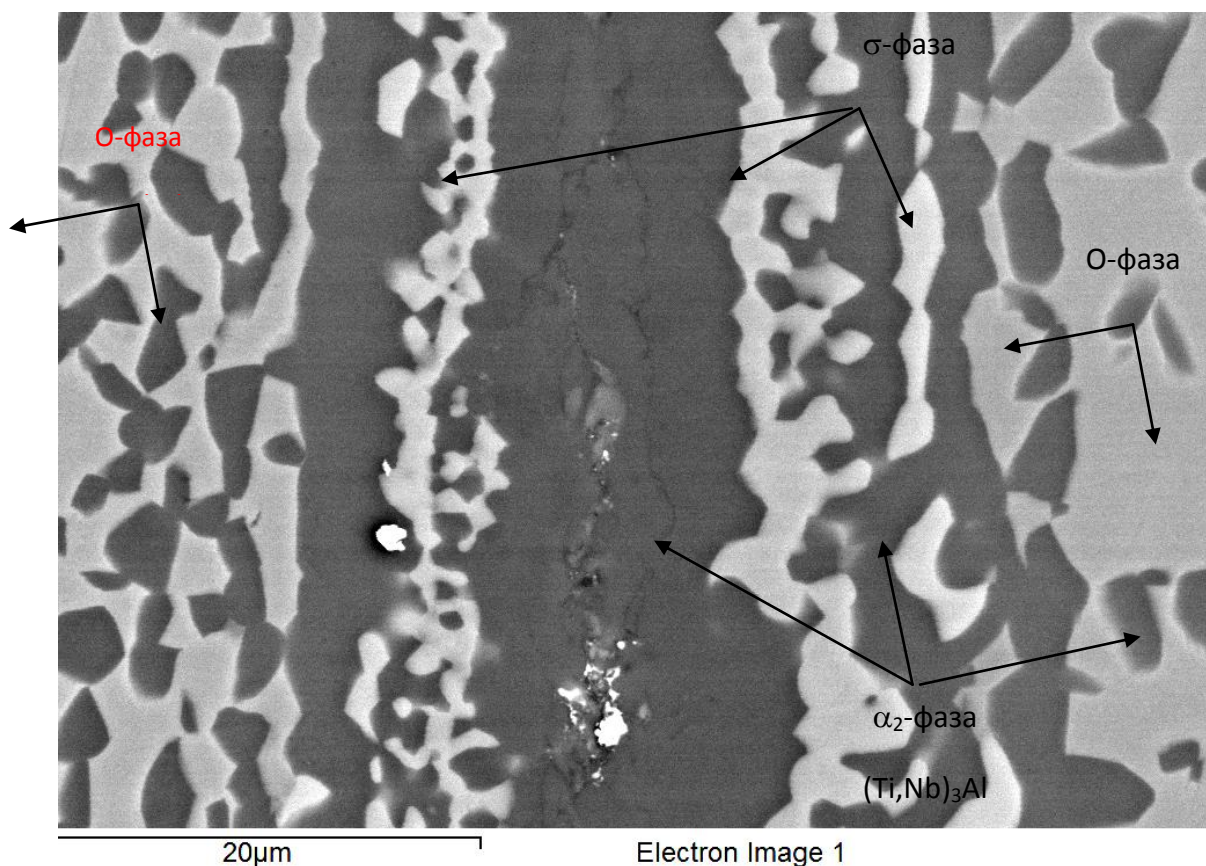


Рисунок 1.93 Микроструктура слоя IV

Таким образом проведенное исследование процессов диффузионной сварки методом ИПС сплава ВТИ4 с алюминием и последующих отжигов показало, что отжиг 650°С активизирует диффузионные процессы на границе соединяемых материалов, дает многослойную структуру с различным фазовым и химическим составом с наиболее стабильной структурной составляющей $\text{Al}_3(\text{TiNb})$ в О-матрице. Отжиг при 700° С, проводимый непосредственно после спекания показал негативные результаты поскольку частичное оплавление алюминия приводит к активному порообразованию и возникновению трещин при охлаждении. Поэтому вторым этапом обработки обязательно должен быть отжиг при температуре 650° С, то есть ниже температуры алюминия, с варьированием времени в зависимости от толщины алюминиевой прослойки (таблица 1.16)

Таблица 1.16 Рекомендуемые режимы первого отжига композита в зависимости от толщины фольги

Толщина алюминиевой фольги, мкм	6	9	18
Время отжига при 650 °С, ч.	2,5	3	6

Варьированием температурно-временных параметров отжига, толщины фольги можно получать качественно разные слоистые композиты в которых упрочняющий слой может

состоять из σ -фазы, α_2 -фазы, $Al_3(TiNb)$, а в качестве матрицы могут быть О-фаза, β' -фаза, смесь О и β -фаз. Показано, что применение диффузионной сварки открывает широкие возможности в создании жаропрочных композиций. В данной работе получен ряд композиций (таблица 1.17), которые являются перспективными для использования, в том числе и в авиационной промышленности

Таблица 1.17 Фазовый состав композита в зависимости от режимов отжига

Толщина алюминиевой фольги, мкм	Температура второго диффузионного отжига, °С	Время второго диффузионного отжига, часы	Матричная фаза слоистого композита	Упрочняющая фаза слоистого композита
9	650	36	$O+\alpha_2+\beta$	$Al_3(TiNb)$
9	850	1	$O+\beta$	$Al_3(TiNb)$
10	1050	12	$O+\beta$	σ, α_2
15	1050	12	О	σ
25	1050	12	O, β'	σ, γ
40	1050	12	β'	$\sigma, Al_3(TiNb)$

Композитов подобного фазового состава компонентов матрицы и упрочнителя в литературе мы не обнаружили. По всей видимости, эти данные могут быть закрытыми или в ограниченном доступе поскольку представляют собой производственное ноу-хау или военную тайну. В любом случае данный способ получения изделий может быть прорывом в создании новых классов жаропрочных интерметаллидных материалов, в том числе и дополнительно армированных.

Для более равномерного распределения легирующих элементов по сечению полученного композита в дальнейшем предполагается дополнительно повысить температуру отжига в область 900-1050°С. Кроме того для ускорения процесса сварки предлагается повысить рабочую температуру спекания до 550 °С, и одновременно увеличить время выдержки с 5 минут до 10.

Проведенное обобщение данных проекта с целью оценки полноты решения задач и эффективности полученных результатов позволяет заключить, что поставленные в работе задачи по созданию многослойного композита с использованием фольги из орторомбического алюминиды титана, полученной по оригинальной технологической схеме, выполнены в полном объеме. Предложенный метод ИПС показал целесообразность его использования для диффузионной сварки тонкомерных полуфабрикатов, что и позволило получить макеты монолитного слоистого композита ВТИ4-А1 на основе орторомбического алюминиды титана, который после оптимизации режимов отжига может быть перспективен в качестве жаропрочного авиационного материала для планера нового поколения.

Раздел 2. Оценка возможности создания конкурентоспособной продукции и услуг

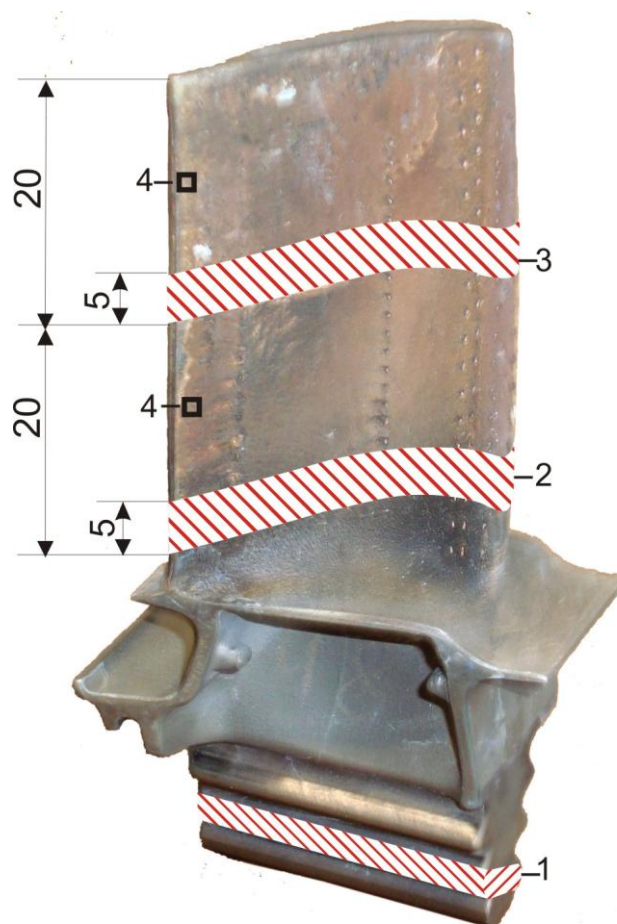
2.1. Оценка возможности использования монокристалльных лопаток из сплава ЖС36ВИ с КГО [001] с жаростойкими градиентными покрытиями в качестве рабочих лопаток первой ступени на современном двигателе

Как было показано в разделе 1.1., базирующемся на обобщении предыдущих исследований, исследуемый в работе монокристалльный сплав ЖС36ВИ с КГО [001] с жаростойкими градиентными покрытиями по эксплуатационным характеристикам превосходит используемые в настоящее время в серийном производстве монокристалльные сплавы типа ЖС32, и может быть предложен для изготовления рабочих лопаток первой ступени ТВД ГТД нового поколения. Но чтобы оценить возможность создания конкурентоспособных лопаток из данного сплава было проведено исследование закономерностей изменения структуры и фазового состава в опытной рабочей лопатке первой ступени из сплава ЖС36ВИ на двигателе типа ПС-90А2 после горячих сертификационных испытаний.

Схема резки лопатки для анализа структуры сплава и состояния защитных покрытий показана на рисунке 2.1.

Металлографическое исследование структуры сплава ЖС36-ВИ и защитных покрытий проводили на световом микроскопе «Neophot-21». Микрорентгеноспектральный анализ проводили на растровом электронном микроскопе Philips SEM 535 с помощью приставки Genesis 2000; на растровом микроскопе Jeol JSM 6490LV с приставкой Inca Dry Cool. Для измерения калориметрических эффектов в образцах из сплава ЖС36ВИ применялся термоанализатор STA 449C Jupiter[®]. Электронно-микроскопические исследования проводили методом дифракционной электронной микроскопии тонких фольг на просвет с использованием электронного микроскопа ЭМВ 100Л.

В качестве материала исследованной использовали лопатку из сплава ЖС36-ВИ с КГО [001] после проведения полной термообработки. На проточной части пера лопатки было нанесено комплексное градиентное защитное покрытие, широко применяемое для сплава ЖС32-ВИ с КГО [001] [16] и полученное газовым алитированием (ГА) + ионно-плазменной обработкой (СДП-2 -NiCrAlY) и плазменным напылением на воздухе на установке УПУ-8 керамического покрытия типа КДП-1 ($ZrO_2:7\text{мас.}\% Y_2O_3$). На внутреннюю полость и в перфорационные отверстия лопатки нанесено алюминидное газоциркуляционное покрытие.

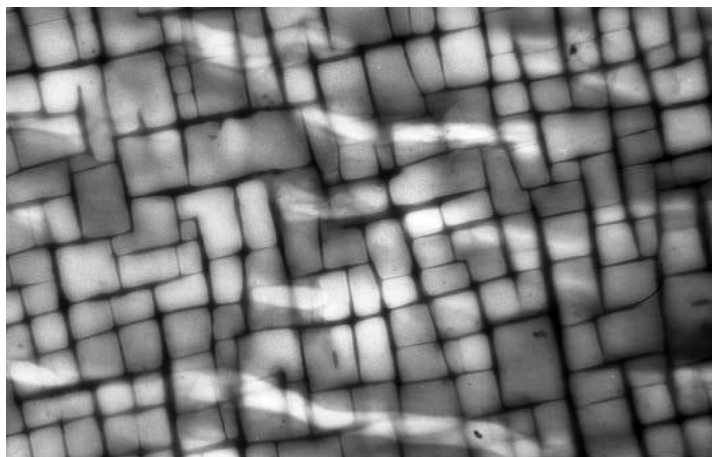


1. сечение из замка лопатки;
2. сечение в «холодной» части пера лопатки;
3. сечение в «горячей» части пера лопатки;
4. место просмотра тонких фольг на просвечивающем электронном микроскопе.

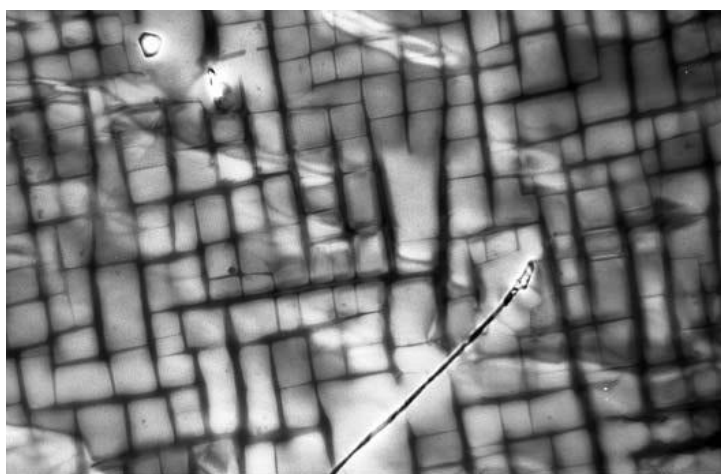
Рисунок 2.1 Схема резки для исследований после горячих сертификационных испытаний рабочей лопатки первой ступени ТВД с двигателя типа ПС90А2

Особенности структуры замка после испытаний. Микроструктура сплава и покрытия ГА во внутреннем канале замка приведены на рисунках 2.2 и 2.3. Для зоны замка лопатки из сплава ЖС36-ВИ типична однородная дисперсная ($\gamma + \gamma'$)–структура с высокой объемной долей частиц упрочняющей γ' -фазы размером 0,4...0,5 мкм (рисунок 2.2, а-в).

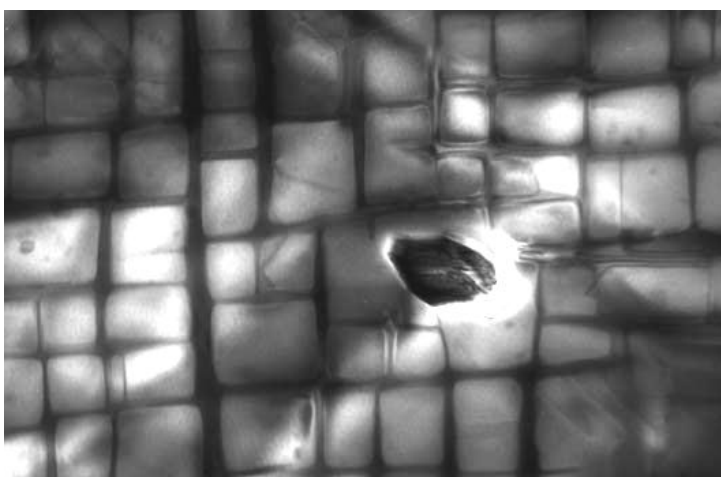
Тонкая структура сплава с достаточно правильной кубоидной формой γ' -частиц сохранилась после испытаний. Локализации деформационных процессов (клубков дислокаций) в тонких прослойках γ -фазы не выявлено.



а, x8000



б, x8000



в, x 19 000

Рисунок 2.2. Структура замка лопатки из сплава ЖС36ВИ после сертификационных испытаний.

В структуре сплава наблюдаются микропоры (рисунок 2.3 а), возникшие при растворении неравновесной эвтектики ($\gamma+\gamma'$) в процессе термообработки, а также рассеянные вторичные фазы игольчатой и округлой форм (рисунки 2.2 б, в). Расшифровка электронограмм, полученных с этих фаз, показала, что это вторичная μ -фаза, параметры

которой близки к фазе $(\text{CoNi})_7(\text{MoWRe})_6$. Для пластин μ -фазы и γ' -выделений характерно строгое ориентационное соответствие между кристаллическими решетками: $(001)\mu//\{111\}\gamma'$, $\langle 100 \rangle \mu // (011)\gamma'$.

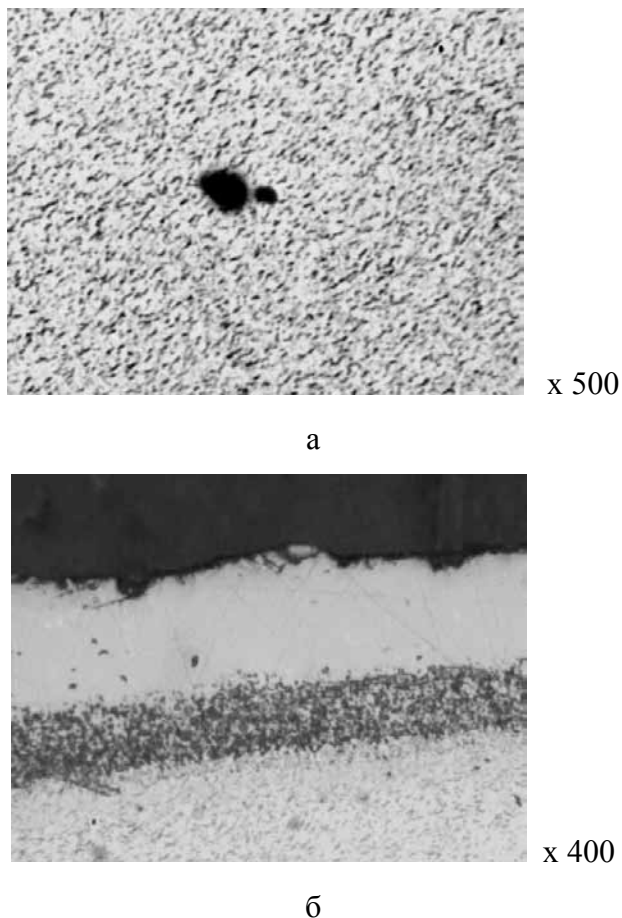
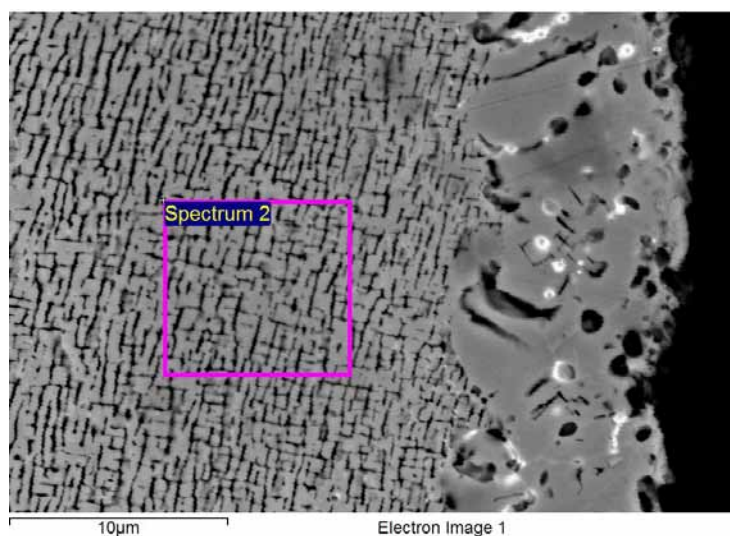


Рисунок 2.3. Структура сплава ЖС36ВИ (а) и жаростойкого покрытия во внутреннем канале (б) замка рабочей лопатки.

Морфологические и кристаллографические характеристики μ -фаз свидетельствуют об их зарождении и росте в упрочняющей γ' -фазе. Образование такого рода ТПУ-фазы, вероятнее всего, происходит в процессе отливки и последующей термообработки лопаток из-за ликвационной неоднородности сплава.

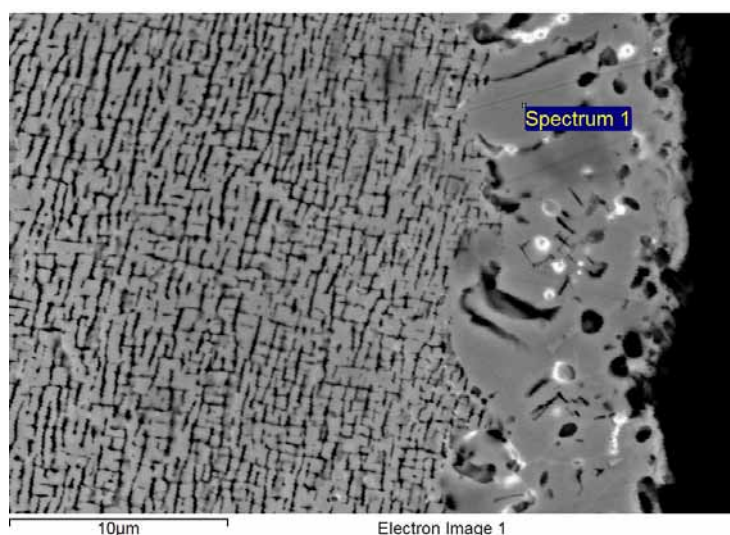
На наружной поверхности замка по зубу и впадине наблюдается тонкий (~ 10 мкм) равномерный светлый слой. На рисунке 2.4 представлены структуры сплава, этого слоя и их химический состав. Анализ данных химического состава показал, что в измененном слое происходит увеличение концентрации Al, Co и резкое уменьшение тяжелых металлов W и Re. Это свидетельствует о том, что произошла трансформация структуры ($\gamma + \gamma'$) и образовалась скоагулированная γ' -фаза. Известно, что в результате воздействия напряжений при $T \geq 800^\circ\text{C}$ в структуре сплава начинают протекать необратимые структурные изменения, проявляющиеся в трансформации морфологии упрочняющей γ' -фазы: начинается сращивание γ' -фазы и образование специфической рафт-структуры. Большие напряжения, воздействующие на замок

лопатки при эксплуатации значительно способствует коагуляции γ' -фазы в тонком поверхностном слое.



a

Element	Weight%	Atomic%
Al K	6.07	13.77
Ti K	1.26	1.60
Cr K	3.01	3.54
Co K	7.37	7.65
Ni K	63.46	66.14
Nb L	0.00	0.00
Mo L	3.37	2.15
W M	12.58	4.19
Re M	2.87	0.94
Totals	100.00	

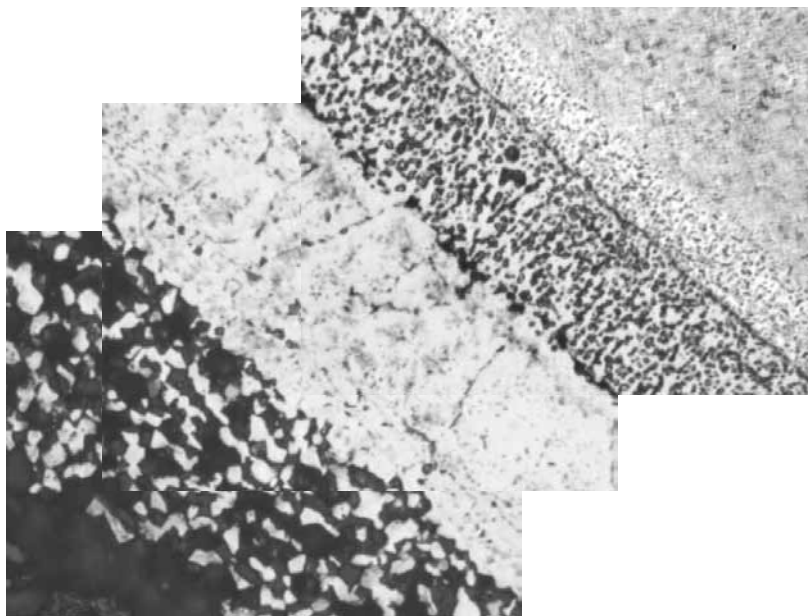


б

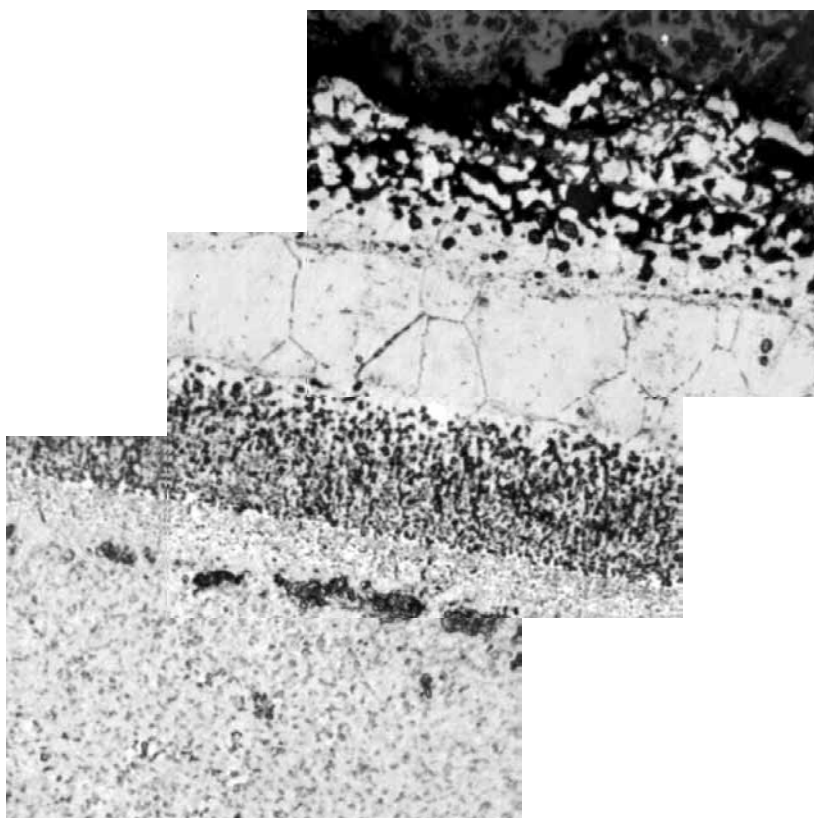
Element	Weight%	Atomic%
Al K	7.26	15.51
Ti K	1.28	1.54
Cr K	2.89	3.20
Co K	8.20	8.01
Ni K	68.38	67.11
Nb L	0.00	0.00
Mo L	3.05	1.83
W M	8.95	2.80
Re M	0.00	0.00
Totals	100.00	

Рисунок 2.4. Структура и химический состав сплава ЖС36-ВИ (а) и измененного слоя (б) на зубе замка после испытаний.

Структура сплава и защитных покрытий в «холодной» части пера рабочей лопатки. В этом сечении на наружной поверхности пера лопатки присутствует комплексное защитное покрытие: ГА + СДП-2 + плазменная керамика $ZrO_2:Y_2O_3$. Значительных структурных и фазовых превращений в комплексном покрытии на входной кромке не наблюдается (рисунок 2.5).



а

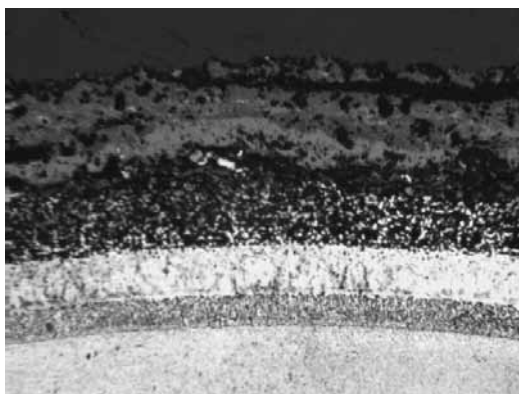


б

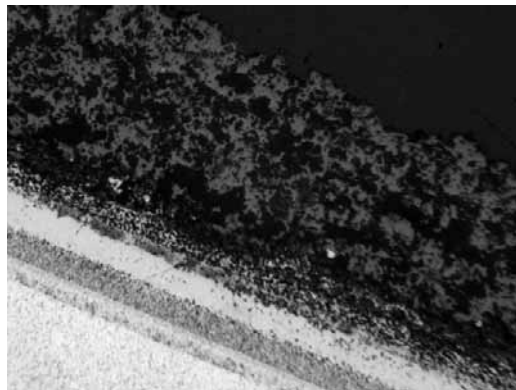
а – входная кромка; б – выходная кромка.

Рисунок 2.5 Структура комплексного покрытия на наружной поверхности пера лопатки в «холодной» зоне x 500

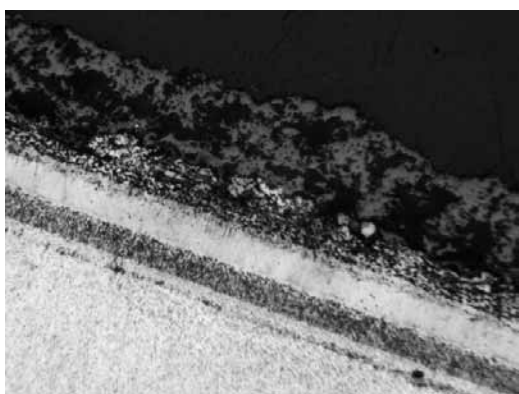
Сколов и окисления керамического слоя по профилю пера лопатки не наблюдается (рисунок 2.6). Структурное состояние ГА во внутренней полости и перфорационных отверстиях пера лопатки показано на рисунке 2.7. Наблюдается частичное перекрытие перфорационных отверстий (рисунки 2.7 в, г) после напыления керамического плазменного покрытия. На корыте и у входной кромки (рисунок 2.7 г,е) во внешней зоне покрытия начался распад β -NiAl по субграницам.



а



б



в



г

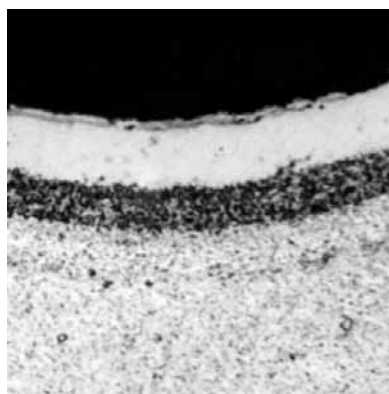
а – входная кромка; б – корыто; в - выходная кромка со сторон спинки; г – выходная кромка со стороны корыта.

Рисунок 2.6 Структура комплексного покрытия на наружной поверхности пера лопатки в «холодной» зоне $\times 100$.

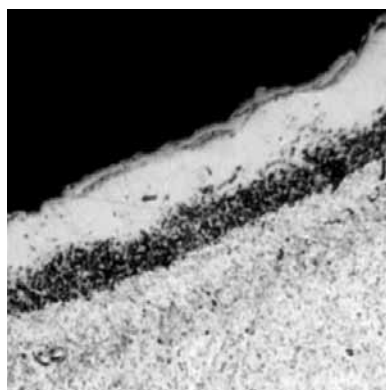
В «холодной» зоне пера лопатки в области корыта не выявлено принципиальных различий основной ($\gamma+\gamma'$) структурной составляющей сплава ЖС36-ВИ, для которой характерны:

- сохранение в большей части объема сплава достаточно правильной кубоидной формы частиц γ' -фазы (рисунок 2.8 а);
- наличие субграниц в структуре сплава (рисунок 2.8 б);
- локализация деформации в тонких прослойках γ -фазы только в межосном пространстве и на стыке дендритов (рисунок 2.8.в);
- специфический контраст γ' -фазы, который связан с ее химической неоднородностью (рисунок 2.8 г).

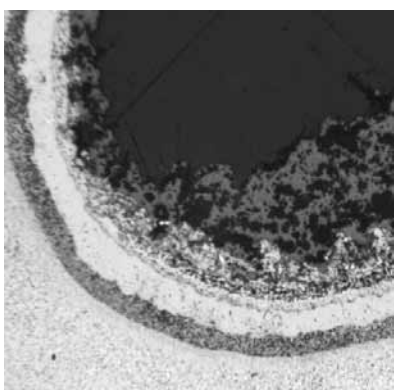
На основании проведенных исследований изменения структуры сплава ЖС36-ВИ и защитных покрытий в «холодном» сечении пера лопатки можно предположить, что температурное воздействие в этом сечении пера не превышало 1000°C .



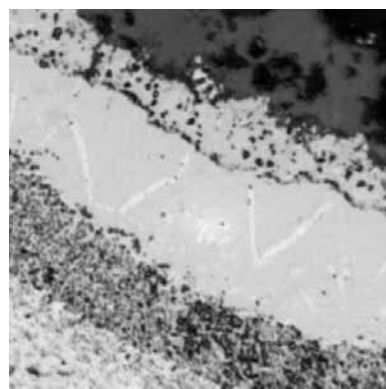
а x 250



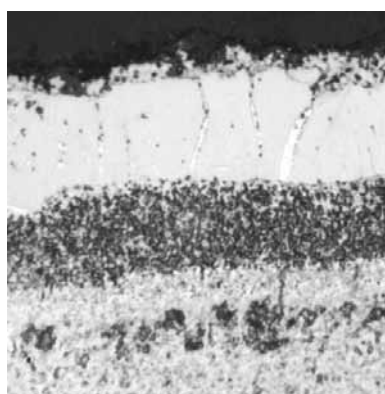
б x 250



в x 100



г x 500



д x 400

а – перфорационное отверстие на входной кромке; б – внутренняя полость на входной кромке;
в, г – перфорационное отверстие на корыте; д – внутренняя полость у выходной кромки.

Рисунок 2.7 Структура ГА во внутренней полости и перфорационных отверстиях в
«холодной» зоне

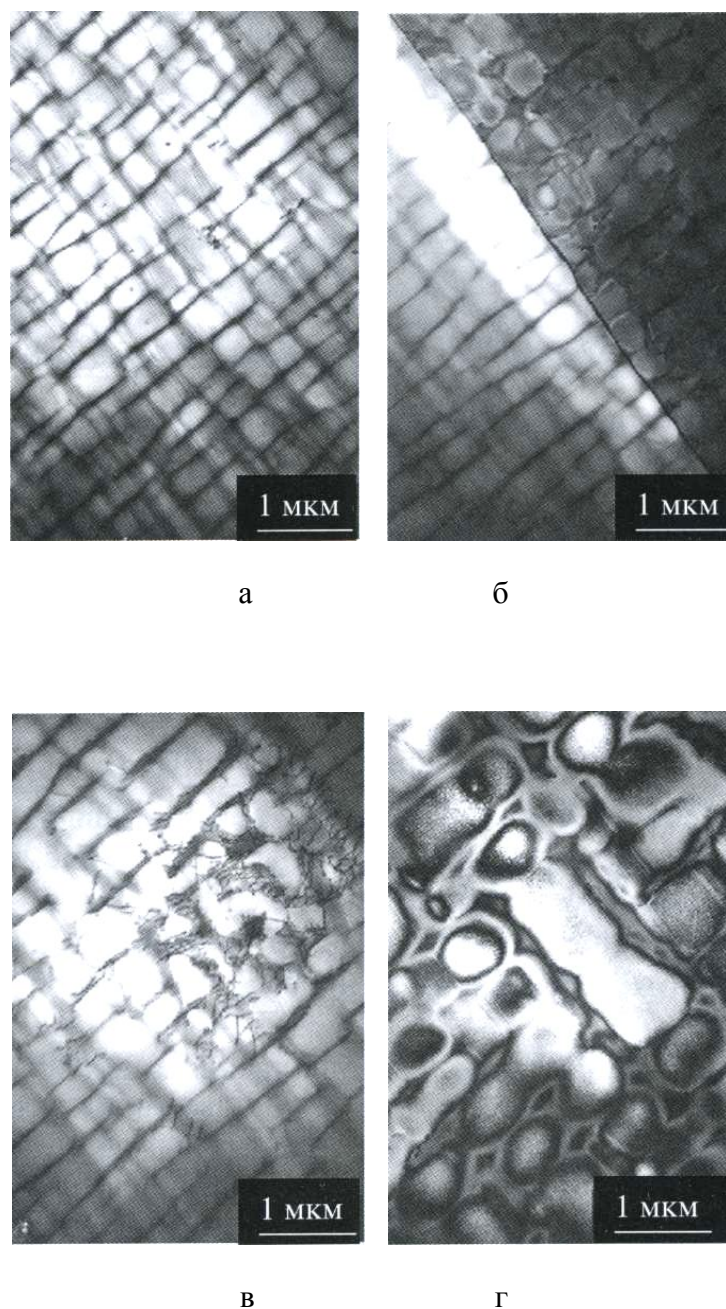
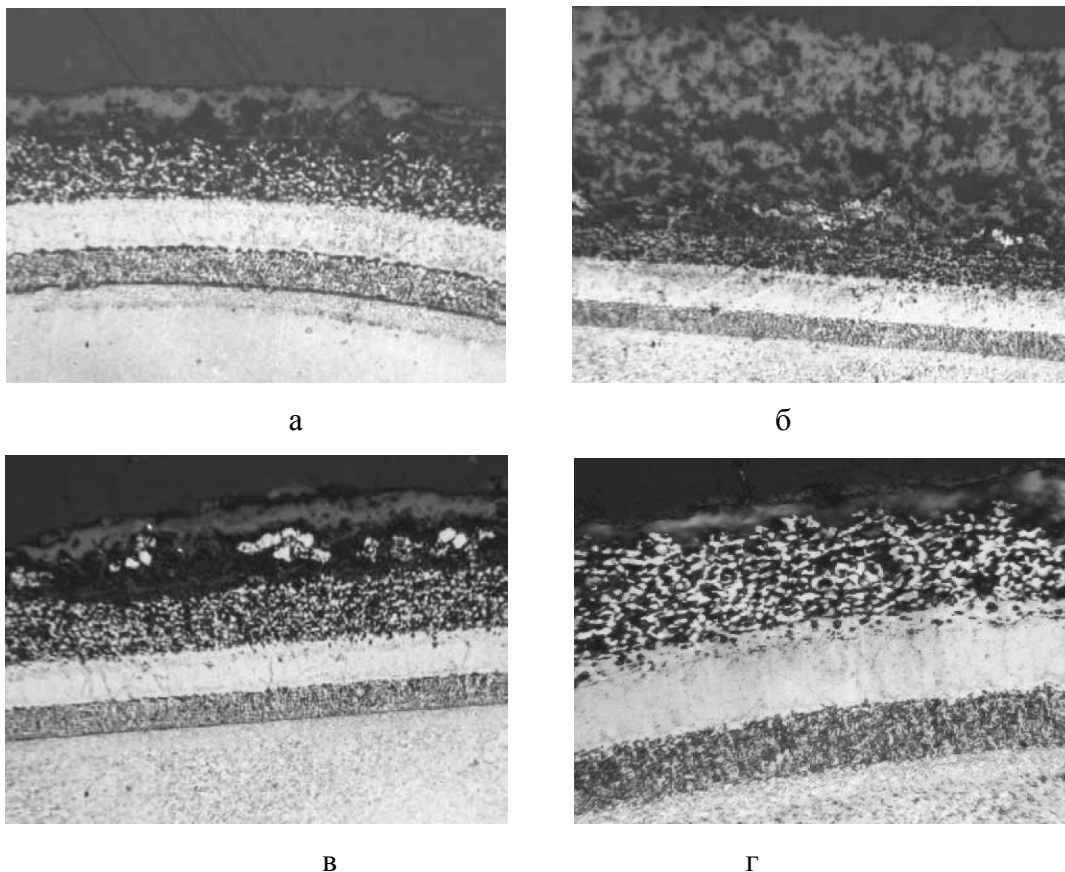


Рисунок 2.8. Тонкая структура сплава ЖС36-ВИ в «холодной» зоне пера рабочей лопатки после испытаний

Структура сплава и защитных покрытий в «горячей» части пера рабочей лопатки. Структура комплексного покрытия на поверхности пера по профилю лопатки приведена на рисунке 2.9, а структура ГА во внутренней полости и перфорационных отверстиях – на рисунке 2.10. В горячем сечении пера лопатки на входной и выходной кромках произошло скалывание внешнего керамического слоя.



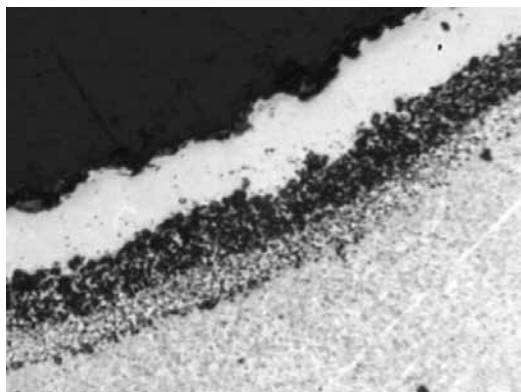
а – входная кромка; б – спинка; в – корыто; г – выходная кромка

Рисунок 2.9 Микроструктура комплексного покрытия на наружной поверхности пера лопатки в «горячей» зоне: а-в – $\times 100$, г – $\times 200$.

Комплексное покрытие на входной кромке лопатки состоит (рисунок 2.11) из остатков керамики, окисленной зоны под керамикой, металлического подслоя, слоя СДП-2, внешней зоны ГА, диффузионной зоны ГА, измененной зоны ГА-сплав и сплава ЖС36ВИ.

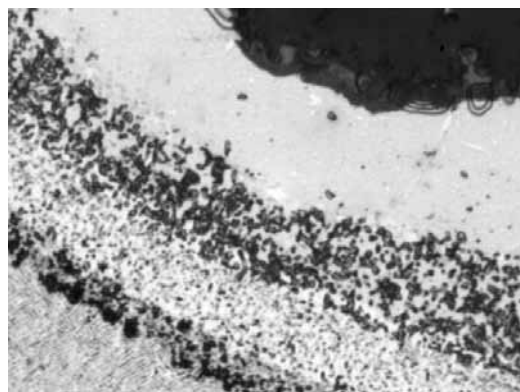
На рисунок 2.12 представлены результаты анализа химического состава фаз комплексного покрытия на входной кромке. В поверхностном слое покрытия наблюдается оксидная смесь сложного состава с остатками керамики.

Ионно-плазменное покрытие СДП-2 состоит из β -фазы NiAl и γ' -фазы Ni₃Al и контактирует с внешней зоной ГА (рисунок 2.12 а), состоящей из β -фазы NiAl, содержащей ~18 мас.% Al, в которой наблюдаются мелкодисперсные выделения α -Cr и распад по субграницам.

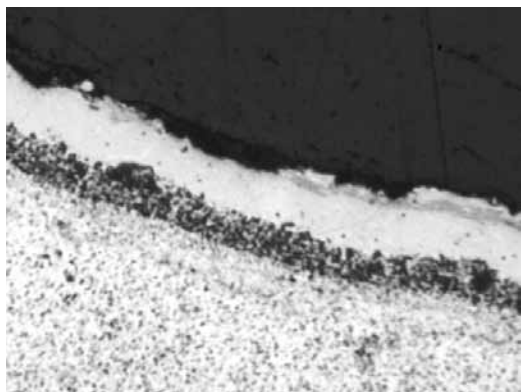


x 200

а

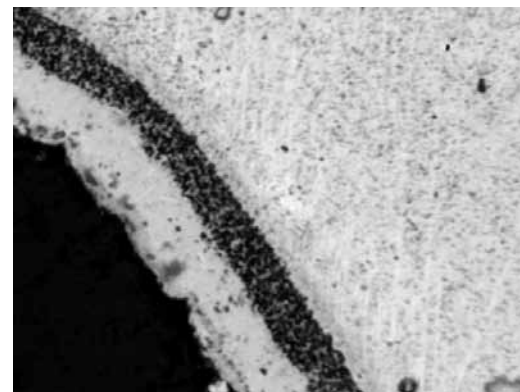


x 500



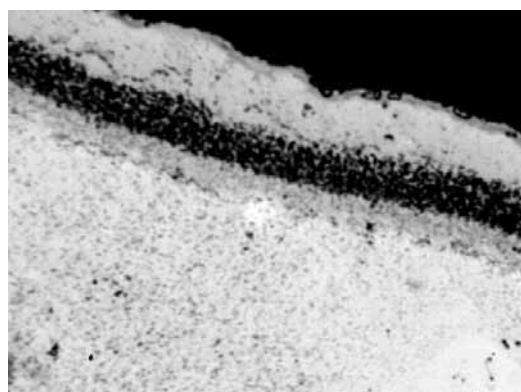
x 200

б



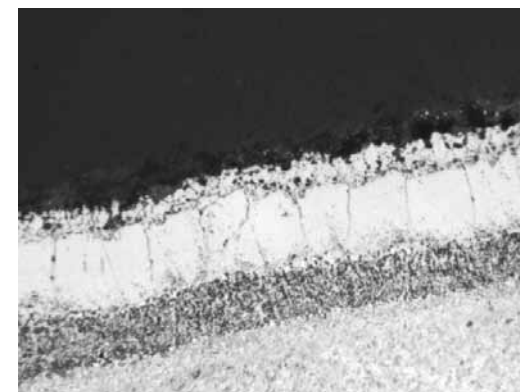
x 200

в



x 200

г



x 250

д

- а – перфорационное отверстие на входной кромке;
- б – внутренняя полость в районе входной кромки;
- в – внутренняя полость на спинке;
- г – внутренняя полость на корыте;
- д – внутренняя полость на выходной кромке.

Рисунок 2.10 Структура ГА во внутренней полости и перфорационных отверстиях пера рабочей лопатки в «горячей» зоне

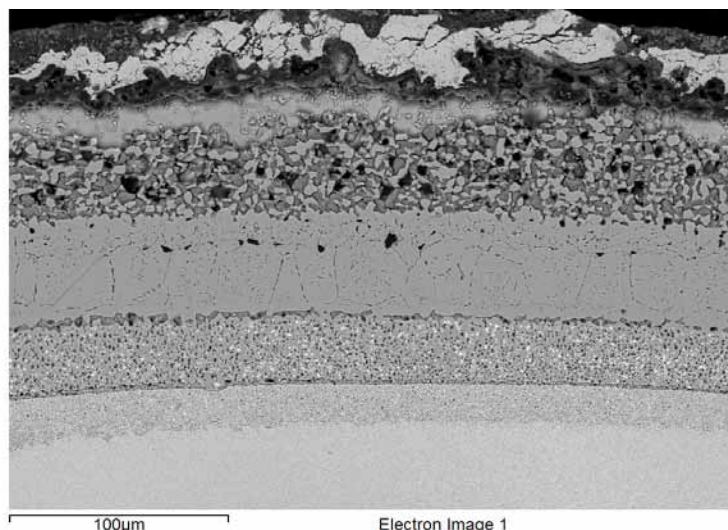


Рисунок 2.11. Микроструктура комплексного покрытия на наружной поверхности входной кромки в «горячей» зоне пера рабочей лопатки.

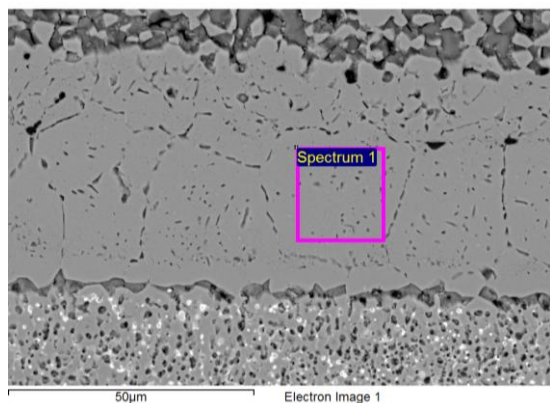
Матрицей диффузионной зоны ГА является γ' -фаза Ni_3Al с мелкодисперсными выделениями, обогащенными тяжелыми элементами сплава (рисунок 2.12 б), которые представляют собой α -частицы на основе $(\text{Ni},\text{Co})(\text{WReCrMo})$.

На границе покрытия ГА-сплав формируется измененная зона (рисунок 2.12 в), которая представляет собой крупную γ' -фазу Ni_3Al с включениями γ' -фазы и мелкодисперсных выделений. Ее состав отличается от химического состава сплава (рисунок 2.12 г).

Структурное состояние и химический состав фаз ГА в перфорационном отверстии на входной кромке представлено на рисунке 2.13. Внешняя зона ГА состоит из β -фазы NiAl с содержанием Al 21 мас.%, матрицей диффузионной зоны покрытия является γ' -фаза Ni_3Al с мелкодисперсными наночастицами на основе W, Re, Cr, Mo. Под ГА наблюдается измененная зона сплава, формирующаяся за счет преимущественной встречной диффузии Al и Ni.

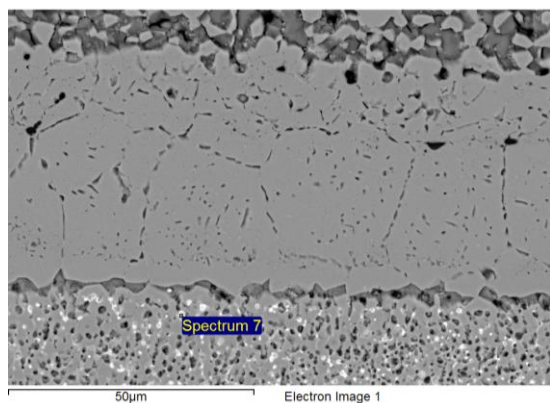
Анализ структурного состояния комплексного покрытия на наружной поверхности пера по профилю лопатки показывает, что как на спинке, так и на корыте лопатки под внешним керамическим слоем присутствует окисленная зона. Внешний керамический слой покрытия состоит из ZrO_2 :6 мас.% Y_2O_3 .

Наличие пористой керамики типа КДП-1 не препятствует поступлению продуктов сгорания топлива в комплексное покрытие, при этом происходит окисление металлического подслоя с образованием окисленной прослойки, что приводит к скалыванию внешней керамики при испытаниях.



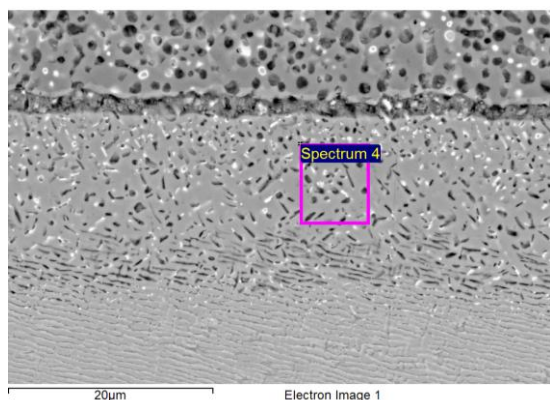
а

Element	Weight%	Atomic%
Al K	17.71	31.86
Ti K	0.78	0.79
Cr K	6.27	5.86
Co K	10.56	8.70
Ni K	63.51	52.50
Nb L	0.00	0.00
Mo L	0.00	0.00
W M	1.16	0.31
Totals	100.00	



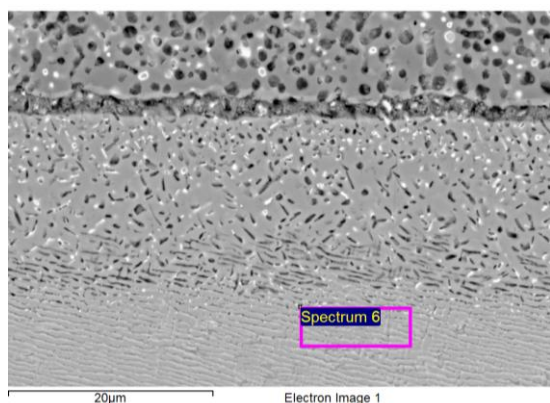
б

Element	Weight%	Atomic%
Al K	2.16	6.49
Ti K	0.00	0.00
Cr K	13.54	21.08
Co K	15.42	21.20
Ni K	19.59	27.02
Nb L	1.31	1.14
Mo L	4.88	4.12
W M	35.15	15.48
Re M	7.94	3.45
Totals	100.00	



в

Element	Weight%	Atomic %
Al K	7.73	16.74
Ti K	1.33	1.63
Cr K	4.65	5.23
Co K	9.78	9.70
Ni K	62.55	62.28
Nb L	0.00	0.00
Mo L	0.00	0.00
W M	10.69	3.40
Re M	3.26	1.02
Totals	100.00	



г

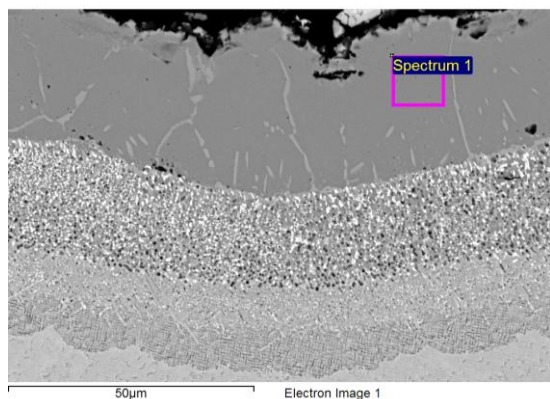
Element	Weight%	Atomic%
Al K	5.65	13.08
Ti K	1.12	1.47
Cr K	4.02	4.83
Co K	8.86	9.40
Ni K	60.14	64.01
Nb L	0.00	0.00
Mo L	1.15	0.75
W M	15.12	5.14
Re M	3.94	1.32
Totals	100.00	

а – внешняя зона ГА; б – диффузионная зона ГА;

в – измененная зона сплав-покрытие; г – сплав ЖС36-ВИ.

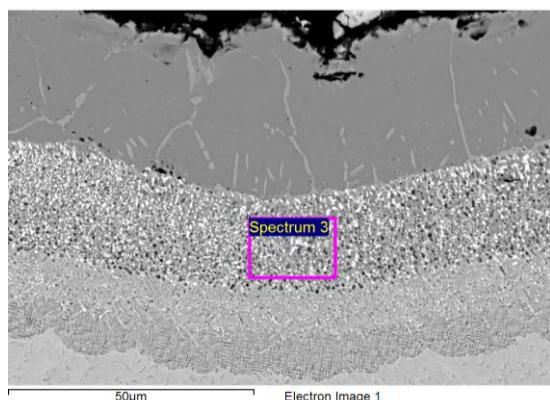
Рисунок 2.12 Химический состав структурных составляющих комплексного покрытия на входной кромке

Element	Weight%	Atomic%
---------	---------	---------



Al K	21.02	36.54
Ti K	0.40	0.39
Cr K	2.81	2.53
Co K	7.48	5.96
Ni K	68.30	54.58
Totals	100.00	

а



Element	Weight%	Atomic%
Al K	13.61	28.73
Ti K	0.89	1.06
Cr K	3.75	4.10
Co K	8.18	7.90
Ni K	52.16	50.61
Nb L	2.05	1.26
Mo L	1.25	0.74
W M	14.65	4.54
Re M	3.46	1.06
Totals	100.00	

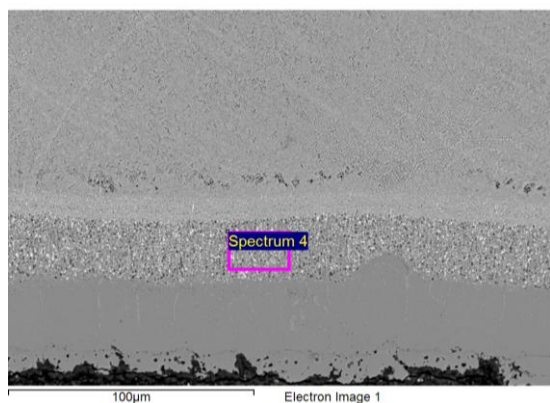
б

а – внешняя зона ГА; б – диффузионная зона ГА

Рисунок 2.13 Структура и химический состав фаз ГА в перфорационном отверстии на входной кромке

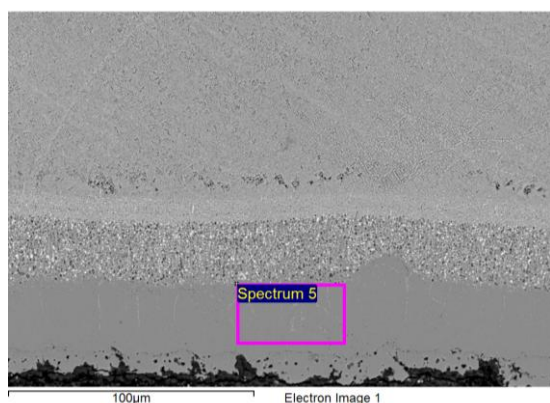
На рисунке 2.14 показана структура и состав ГА на внутренней поверхности выходной кромки. Внешняя зона покрытия состоит из β -фазы NiAl с 19мас. % Al. В диффузионной зоне в матрице из γ' -фазы Ni₃Al присутствуют мелкодисперсные выделения на основе тугоплавких элементов сплава.

Тонкая структура сплава отличается неоднородностью γ' -частиц, особенно в осях дендритов и в межосном пространстве, наблюдается коагуляция γ' -фазы и тенденция к ее сращиванию, в направлении от входной и выходной кромки (рисунок 2.15). На входной кромке пера лопатки наблюдается паркетная структура γ' -фаза и достаточно правильной кубоидной формы частиц. Пластическая деформация в процессе ползучести происходит преимущественно путем скольжения дислокаций в γ -фазе (рисунок 2.16 в,г) и частично перерезанием γ' -частиц дислокациями (рисунок 2.16 в). Плотность дислокаций на поверхностях раздела γ/γ' незначительная (рисунок 2.16).



а

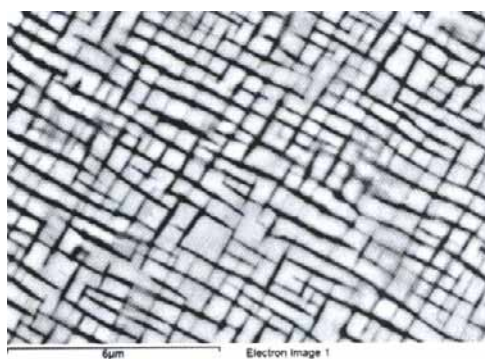
Element	Weight%	Atomic%
Al K	13.96	28.40
Ti K	0.75	0.86
Cr K	4.69	4.95
Co K	10.15	9.46
Ni K	54.29	50.78
Nb L	1.38	0.81
Mo L	1.18	0.67
W M	10.59	3.16
Re M	3.03	0.89
Totals	100.00	



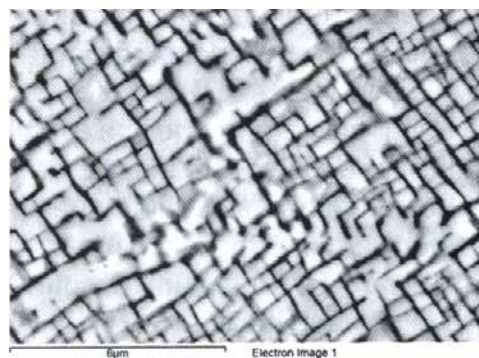
б

Element	Weight%	Atomic%
Al K	18.95	33.77
Ti K	0.61	0.62
Cr K	3.70	3.42
Co K	9.84	8.02
Ni K	65.81	53.89
W M	1.09	0.28
Totals	100.00	

Рисунок 2. 14 Структура и состав ГА на внутренней поверхности выходной кромки



а



б

Рисунок 2.15 Микроструктура сплава ЖС36-ВИ в «горячем» сечении пера лопатки после испытаний: а – входная кромка; б - выходная кромка

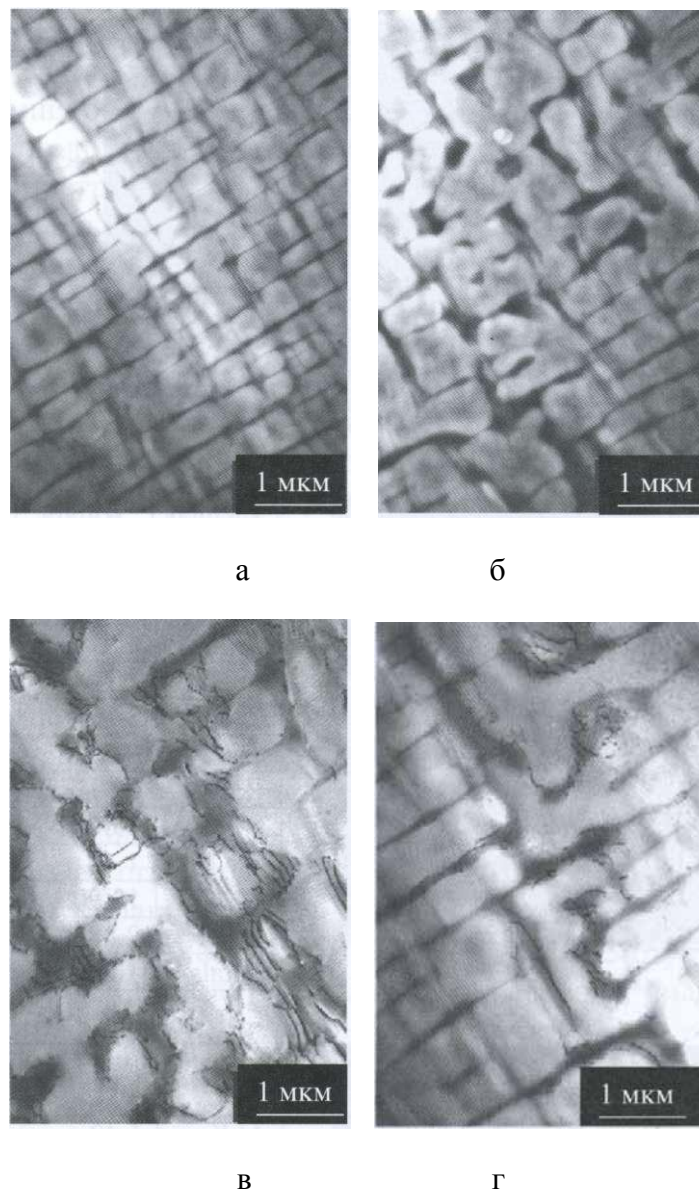
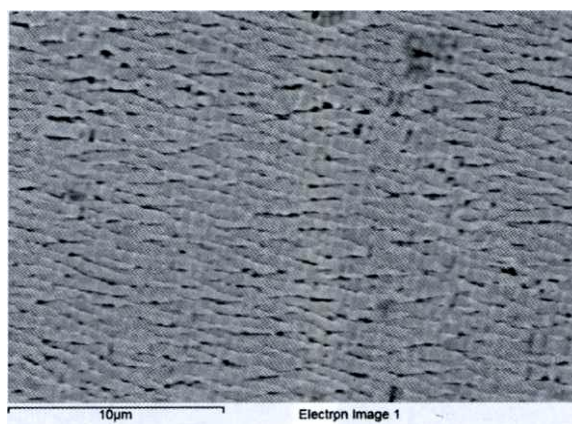


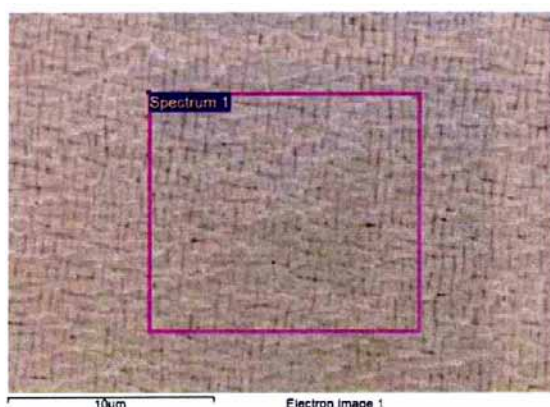
Рисунок 2.16. Тонкая структура сплава ЖС36-ВИ в «горячем» сечении пера лопатки после испытаний: а – в осях дендритов; б, в, г – в межосном пространстве

Приведенные данные по тонкой структуре сплава ЖС36-ВИ свидетельствуют о том, что в «горячем» сечении пера лопатки температура сплава не превышала 1000-1050°C, степень пластичности деформации была не высокой (первая стадия ползучести), происходит сращивание γ' -частиц и формирование рафт-структуры. Скорость формирования рафт-структуры зависит от температуры, величины действующих напряжений и кристаллографической ориентировки относительно оси отклонения (зависит от угла разориентировки от оси [001]). Таким образом коагуляции γ' -частиц и скорость формирования рафт-структуры существенно изменяется по профилю лопатки от входной кромки к выходной.

Микроструктура сплава ЖС36-ВИ и его химический состав в разных зонах входной кромки на продольном шлифе приведены на рисунке 2.17.



а



б

Element	Weight %	Atomic %
Al K	6.01	13.66
Ti K	1.17	1.50
Cr K	3.26	3.84
Co K	8.55	8.89
Ni K	62.77	65.58
Nb L	0.00	0.00
Mo L	1.46	0.93
W M	13.90	4.64
Re M	2.88	0.95
Totals	100.00	



в

Element	Weight %	Atomic %
Al K	5.49	12.55
Ti K	1.14	1.47
Cr K	3.68	4.36
Co K	8.58	8.99
Ni K	63.08	66.28
Nb L	0.00	0.00
Mo L	1.06	0.68
W M	13.01	4.36
Re M	3.96	1.31
Totals	100.00	

Рисунок 2.17. Микроструктура и химический состав сплава ЖС36-ВИ на входной кромке пера лопатки в «горячей» зоне (продольный шлиф): а – со стороны корыта; б – со стороны спинки; в – у перфорационных отверстий

Видно, что в результате испытаний происходит сращивание частиц γ' -фазы и образование рафт-структуры из конгломератов упрочняющей γ' -фазы, перпендикулярно ориентированных относительно направления действия внешней нагрузки, однако при этом сохраняется и исходная морфология упрочняющей γ' -фазы. Скорость формирования рафт-

структуры зависит от температуры, величины действующих напряжений и кристаллографической разориентировки относительно направления [001].

Анализ структуры сплава ЖС36-ВИ показывает, что рабочая температура пера лопатки в «горячей» зоне при испытаниях составляла не более 1050°C.

Микроструктура сплава у торца пера лопатки после испытаний показана на рисунке 2.18. Видно, что в этом сечении произошло существенное изменение структуры сплава: наблюдается сращивание γ' -частиц и коагуляция γ' -фазы. Такая структура характерна при переходе ко второй и третьей стадии ползучести. Высокодисперсных γ' -выделений в структуре не наблюдается. Зафиксированные изменения свидетельствуют, что у торца пера лопатки температура могла достигать 1100-1150°C.

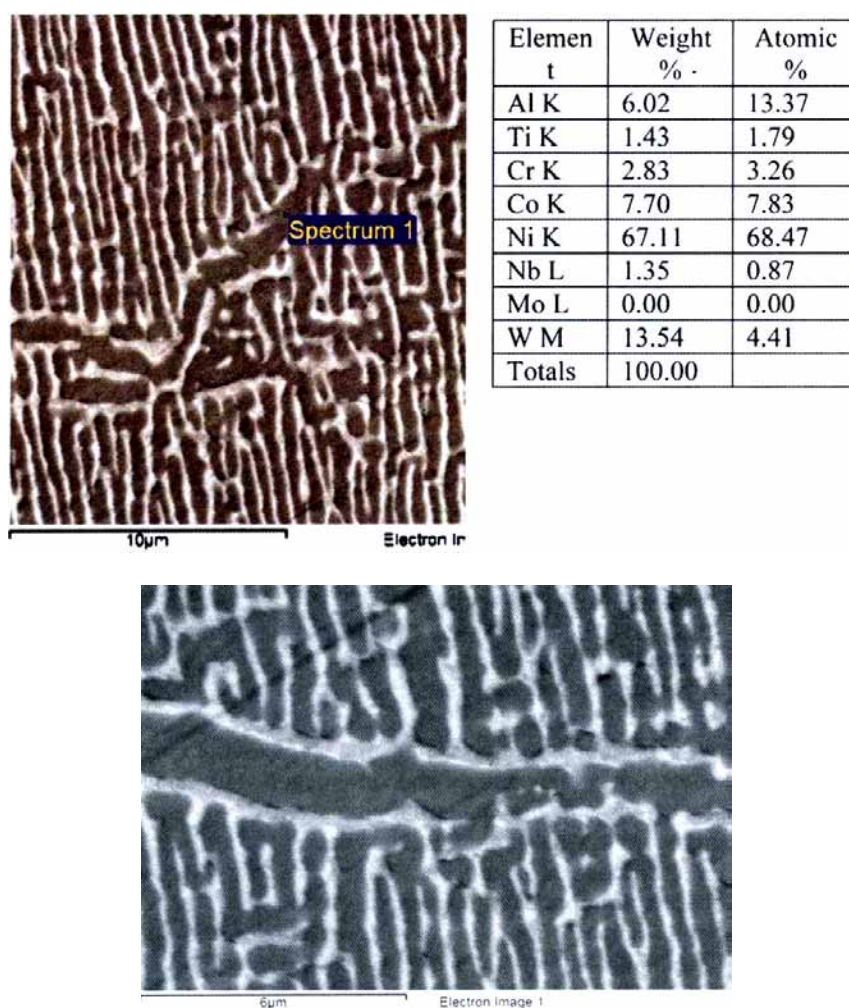
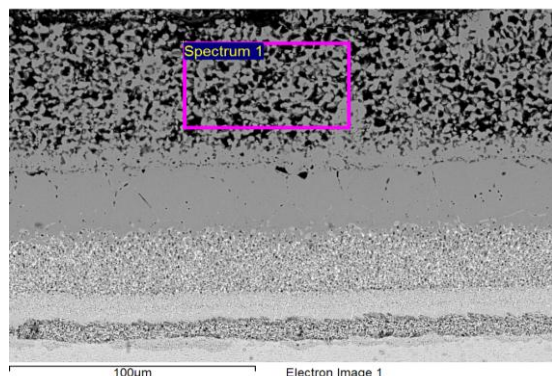
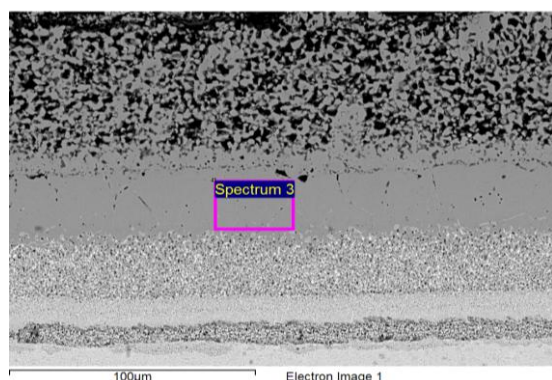


Рисунок 2.18. Структура и химический состав сплава ЖС36-ВИ на торце пера лопатки (продольный шлиф)

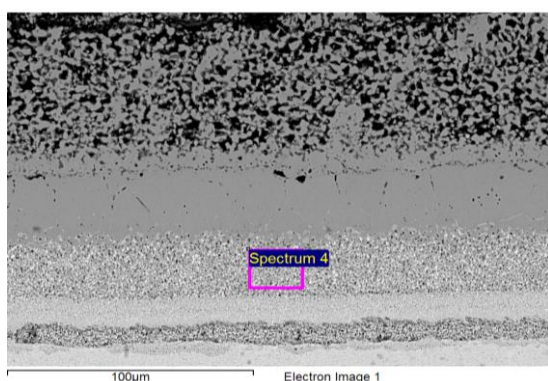
На рисунке 2.19 приведена структура и химический состав фаз металлического комплексного покрытия на входной кромке со стороны корыта. Больших изменений в металлическом слое не произошло: а) в покрытии СДП-2 сохранилась β -фаза NiAl; б) внешняя зона ГА состоит из β -фазы NiAl с содержанием Al ~19 мас. %; в) в измененной зоне сплава не наблюдается выделений вторичных фаз



Element	Weight%	Atomic%
Al K	17.34	31.71
Cr K	5.26	4.99
Co K	10.05	8.42
Ni K	63.16	53.09
Mo L	2.75	1.41
W M	1.45	0.39
Totals	100.00	



Element	Weight%	Atomic%
Al K	18.62	33.27
Ti K	0.89	0.89
Cr K	4.84	4.49
Co K	10.71	8.77
Ni K	63.59	52.23
W M	1.35	0.35
Totals	100.00	

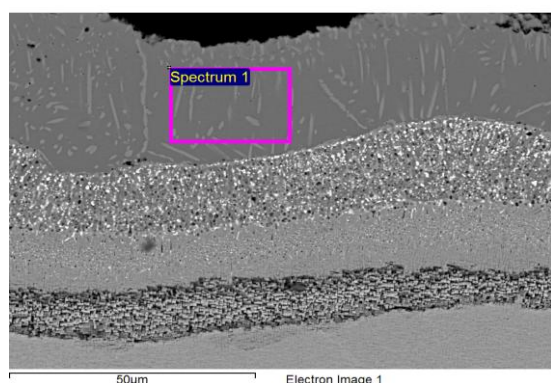


Element	Weight%	Atomic%
Al K	13.79	28.36
Ti K	0.63	0.73
Cr K	5.78	6.17
Co K	10.33	9.73
Ni K	52.94	50.04
Nb L	0.00	0.00
Mo L	0.00	0.00
W M	13.78	4.16
Re M	2.74	0.82
Totals	100.00	

Рисунок 2.19. Микроструктура и химический состав комплексного покрытия на входной кромке пера лопатки со стороны корыта (продольный шлиф)

Структура и состав ГА в перфорационном отверстии на входной кромке показаны на рисунке 2.20. Внешняя зона ГА состоит из β -фазы NiAl с содержанием Al ~19 мас. % и в ней наблюдаются прожилки γ' -фазы Ni₃Al.

Анализ структурного, фазового и химического состава защитных покрытий и сплава ЖС36ВИ показывает, что рабочая температура пера рабочей лопатки в «горячей» зоне при испытаниях составляла не более 1050°C.



Element	Weight%	Atomic%
Al K	18.63	33.36
Ti K	0.76	0.77
Cr K	2.30	2.13
Co K	7.18	5.89
Ni K	69.89	57.52
W M	1.24	0.33
Totals	100.00	

Рисунок 2.20. Микроструктура и состав ГА в перфорационном отверстии на входной кромке

Таким образом, в ходе исследования установлены следующие закономерности изменения структуры и фазового состава в покрытии и сплаве ЖС36-ВИ, составляющем основу рабочей лопатки ГТД, в ходе горячих стендовых испытаний:

1. Структура, фазовый, химический состав сплава ЖС36-ВИ и защитных покрытий рабочей лопатки, работавшей в составе двигателя, свидетельствует о том, что при горячих испытаниях температура по высоте лопатки изменялась от 700°C в замке до 1150...1200°C на торце пера лопатки.
2. На наружной поверхности замка по зубу и впадине под действием напряжений образовался тонкий слой ~10 мкм., представляющей собой скоагулированную γ' -фазу.
3. В сплаве ЖС36-ВИ на пере лопатки происходит сращивание частиц γ' -фазы и образование рафт-структуры. Формирование рафт-структуры по профилю пера лопатки зависит от температуры, величины действующих напряжений и кристаллографической разориентировки относительно направления [001].
4. В структуре сплава ЖС36-ВИ в различных сечениях наблюдаются рассеянные вторичные фазы игольчатой и округлой форм, которые представляют собой ТПУ-фазу, параметры которой близки к μ -фазе $(\text{CoNi})_7(\text{MoWRe})_6$. Эти фазы возникли в сплаве при отливке и последующей термообработке лопатки.
5. Покрытие ГА во внутренней полости, перфорационных отверстиях пера лопатки, а также на торце пера находится в удовлетворительном состоянии и имеет большой запас работоспособности.
6. Градиентное металлическое покрытие ГА+СДП-2 на наружной поверхности пера лопатки успешно выдержало горячие испытания. Однако в горячих участках пера лопатки в покрытии СДП-2 наблюдается уменьшение защитных свойств СДП-2 по механизму

$\beta + \gamma/\gamma' \rightarrow \gamma/\gamma' + \gamma$. Это ограничивает использование СДП-2 выше 1100°C и подтверждает перспективность применения исследованного в проекте комплексного градиентного покрытия - ГЦП CrAl + ИПП системы Ni-Cr-Al-Ta-Re-Y + ИПП системы Al-Cr-Ni-Y, имеющего более высокие эксплуатационные характеристики жаростойкости.

Проведенное исследование убедительно показывает, что преимуществом сплава ЖС36-ВИ по сравнению со сплавом ЖС32-ВИ, вместо которого планируется использовать ЖС36-ВИ в двигателях нового поколения, является более высокая структурная и фазовая стабильность, так как при циклических температурно-силовых условиях работы рабочих лопаток ТВД в интервале температур 950-1200°C сплав ЖС36-ВИ сохраняет стабильное $(\gamma + \gamma')$ -состояние по сравнению с промышленным сплавом ЖС32-ВИ. Это следует из данных монографии [55], согласно которых сплав ЖС32-ВИ в «горячих» зонах рабочих лопаток при эксплуатации проявляет структурную и фазовую нестабильность по отношению к выделению ТПУ-фаз (μ , σ , R , H , K), для которых характерна низкая симметрия решетки с минимальными межатомными расстояниями. Известна следующая классификация ТПУ-фаз:

1. По своей природе они относятся к хрупким электронным интерметаллическим соединениям переходных элементов сплава.
2. Они зарождаются из γ -фазы при перелегировании его такими элементами, как Cr, Mo, W, Ta, Re, а склонность к образованию ТПУ-фаз в основном определяется химическим составом γ -твердого раствора.
3. При высоких температурах (~1000 °C) σ -фаза не образуется из-за малого пересыщения твердого раствора, при низких температурах (~700 °C) процесс идет очень вяло; наиболее заметно σ -фаза выделяется при температурах 750...900 °C. Начало выделения фазы связывают с границами зерен и карбидными выделениями, особенно карбидом $Me_{23}C_6$, структура которого подобна σ -фазе. Из-за природной хрупкости σ -фазы и некогерентного характера связи выделений с матрицей появление σ -фазы сопровождается падением пластичности, особенно при динамических формах испытаний, одновременно уменьшается и долговечность при высокотемпературных испытаниях на длительную прочность. Отрицательное влияние σ -фазы чувствуется при весьма небольших ее количествах по границам зерен ~0,01 % объема.
4. μ -фаза имеет ромбоэдрическую ячейку из 13 атомов, обобщенная формула фазы $Me_7(Mo, W)_6$, где в качестве Me присутствуют никель, кобальт или железо. Если σ -фаза родственна карбиду $M_{23}C_6$, то μ -фаза подобна карбиду Me_6C . Поскольку Me_6C обогащен молибденом и вольфрамом, его распад создает локальное обогащение этими элементами, что способствует образованию μ -фазы. В то же время μ -фаза не обязательно имеет в своем составе молибден и вольфрам, так, μ -фаза была найдена в литых сплавах, содержащих тантал.

Ее формула имела вид: $(\text{Ni},\text{Co})_7(\text{Cr},\text{Ta})_6$. Форма выделений μ -фазы в основном пластинчатая, но могут быть и равноосные частицы. Влияние μ -фазы на свойства в целом подобно влиянию σ -фазы, но степень влияния не столь значительна.

5. Помимо рассмотренных фаз не исключено возникновение и других соединений, например R -фазы, описываемой, как $\text{Mo}_{30,4}\text{Co}_{51}\text{Cr}_{18,3}$ и фазы имеющей состав $(\text{Ni})_{36}\text{Cr}_{18}\text{Mo}_4$. Близка к σ -фазе и фаза M_{18}C , представляющая собой интерметаллид, в котором растворен углерод. Вероятность образования подобных фаз увеличивается по мере усложнения легирования и введения в сплавы тантала, рения, потому что они существуют в двойных системах Nb–Re, Ta–Re, Mo–Re, W–Re.

Кроме более высокой структурной и фазовой стабильности, показанной в ходе стендовых испытаний, сплав ЖС36-ВИ, по сравнению с ЖС32-ВИ, обладает более высокими прочностными свойствами и пластичностью, чем сплав ЖС32-ВИ (рисунок 2.21). По уровню длительной прочности при высоких температурах сплав ЖС36-ВИ так же превосходит сплав ЖС32-ВИ (сравни рисунки 1.11 и 2.22)

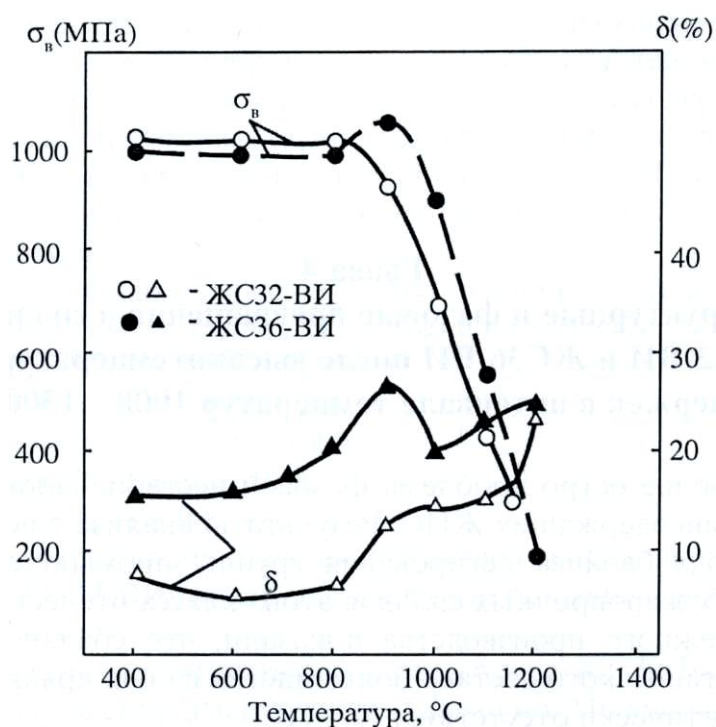


Рисунок 2.21 Температурная зависимость предела прочности ($\sigma_{\text{в}}$) и пластичности (δ) сплавов ЖС32-ВИ [55] и ЖС36-ВИ

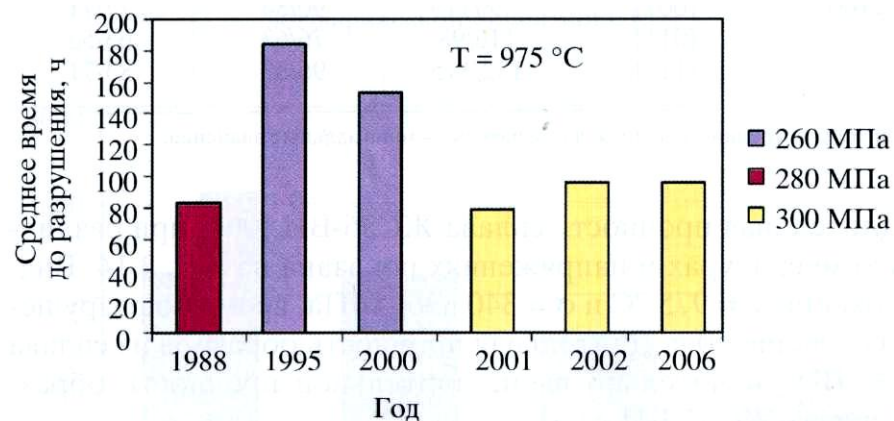


Рисунок 2.22. Статистика длительной прочности сплава ЖС32-ВИ [001] при температуре испытания 975 °С [55]

Таким образом, полученные рабочие лопатки ТВД из монокристаллического сплава ЖС36-ВИ [001] с комплексными жаростойкими градиентными покрытиями по структурному и фазовому состоянию успешно выдержавшие горячие испытания являются конкурентноспособными для их использования в авиационных двигателях нового поколения по отношению к применяемым в настоящее время лопаткам из промышленного сплава ЖС32-ВИ на двигателях старого поколения за счет более высоких характеристик жаропрочности и термической стабильности по отношению к выделению охрупчивающих ТПУ-фаз в процессе эксплуатации.

2.2. Получение фольги из сплава на основе орторомбического интерметаллида титана термомеханическими методами

На основании результатов работ, выполненных на предыдущих этапах проекта, на сплавах на основе орторомбического интерметаллида титана, в качестве конкурентноспособной продукции и услуг можно предложить получение фольги из интерметаллидных ортосплавов на основе титана, в частности сплава ВТИ-4, по разработанным в проекте технологическим схемам.

В настоящее время наибольшее распространение изготовление фольги промышленными способами получили следующие технологии:

- прокатка интерметаллидных заготовок, полученных из слитков или порошковых заготовок;
- вакуумное напыление интерметаллидных сплавов на подложку с последующим ее удалением;
- вакуумное напыление в сочетании с прокаткой напыленного материала.

Наиболее высококачественная фольга со стабильными свойствами производится по технологиям прокатки, однако для получения фольги толщиной 0,1 мм и менее требуется дополнительная электролитическая обработка.

Известны интерметаллиды на основании Ti и Al, алюминиды титана ($\gamma+\alpha_2$ -сплавы), обладающие высокой температурой плавления, низкой плотностью, имеющие высокие упругие модули, стойкостью к окислению и возгоранию, высоким отношением прочность/плотность и жаропрочностью. Область применения указанных соединений обширна и включает в себя: компоненты двигателей, реактивные сопла, элементы обшивки космических аппаратов, сотовые конструкции сверхзвуковых летательных аппаратов и элементы их теплозащитных систем.

При всем при этом, γ -сплавы имеют существенные недостатки: низкую пластичность при комнатной температуре (трудно деформируем при холодной прокатке), низкую вязкость, недостаточно хорошие усталостные свойства, сравнительно высокую скорость роста трещин, возможную пористость при определенных видах термообработки.

Более перспективным является двухфазный интерметаллидный сплав на основе титана с добавлением ниобия, около или более 25%, (ортосплав), например сплав на основе Ti_2AlNb , ВТИ-4, содержащий более пластичную при комнатной температуре β -фазу, включающую упорядоченную ромбическую кристаллическую структуру орто (O)- фазу и объемно-центрированную кубическую структуру (ОЦК) фазу (β или B2) и менее пластичную (альфа-2)- фазу (α_2). Сплав обладает хорошим сочетанием высокотемпературной прочности, достаточной пластичностью при комнатной температуре и вязкостью разрушения.

Задача, решенная в настоящем исследовании связана с получением на стандартном оборудовании высококачественной фольги из интерметаллидных ортосплавов на основе титана, в частности сплава ВТИ-4, применяемого в аэрокосмических системах.

Технический результат достигается тем, что в разработанном способе изготовления фольги из интерметаллидных ортосплавов на основе титана., исходные слитки подвергаются горячей термомеханической обработке, в том числе пакетной прокатке и окончательной холодной прокатке, пакетную прокатку проводят при толщине подката, равной 2-4 мм с предварительно подготовленной мелкозернистой структурой, в которой ширина β - зерна не превышает 10 мкм, а длина - 40 мкм, пакет формируют набором заготовок подката и двух стальных обкладок, при этом толщина верхней обкладки в 1,4 – 1,8 раза больше нижней, горячая прокатка пакета производится от установочной температуры нагрева $950 \pm 50^\circ\text{C}$ за несколько проходов с суммарной степенью деформации 70 - 90 %, после отжига при температуре $920 \pm 70^\circ\text{C}$ и разборки пакета холодную прокатку каждой заготовки ведут с суммарной степенью деформации 40 - 70% с промежуточными вакуумными отжигами при температуре $920 \pm 70^\circ\text{C}$.

Интерметаллиды занимают промежуточное место между металлами и керамиками, как по типу химической связи, так и по свойствам. Входящие в интерметаллидные ортосплавы соединения имеют химические связи, как металлического типа, так и с некоторой долей ковалентной составляющей. Поэтому они имеют существенно лучшую обрабатываемость, чем керамики. При повышенных температурах происходит разупорядочение и пластичность резко возрастает. Это свойство позволяет за счет фиксации высокотемпературного состояния придавать сплавам структуру позволяющую подвергать их холодной прокатке.

Для холодной прокатки необходимо:

- формирование в этих сплавах перед холодной прокаткой однородной равноосной мелкозернистой микроструктуры;
- применение таких методов и режимов прокатки, которые бы обеспечивали однородное развитие в заготовке пластической деформации и препятствовали бы ее локализации.

Технологически структуру подобного материала делают годной для холодной прокатки посредством рекристаллизационных процессов и фазовых превращений, инициируемых во время высокотемпературной пластической деформации за счет введенной в материал механической энергии. Тонкость и однородность возникающей после пластической деформации структуры зависят наряду с температурой и скоростью формообразования прежде всего от схемы приложения усилий.

При концентрации деформирующих сил на ограниченной площади пластической деформации (введенной в материал механической энергии), на периферии деформируемого

изделия возникают высокие вторичные растягивающие напряжения, которые создают предпосылки к трещинообразованию. Применение горячей пакетной прокатки перед холодной прокаткой позволяет разрешить эти технические противоречия, а именно получить нужную структуру перед холодной прокаткой без разрушения заготовки.

Подкат для пакетной прокатки производится известными способами горячей термомеханической обработки, толщина подката 2-4 мм, при условии, что в структуре сплава формируют зерна β - фазы шириной не более 10 мкм и длиной не более 40 мкм. В процессе пакетной прокатки формируется структура сплава, позволяющая в дальнейшем осуществлять холодную прокатку заготовки.

Пакетную прокатку осуществляют в кейсе (пакете), который формируют набором заготовок подката и двух стальных обкладок, при этом толщина верхней обкладки в 1,4 – 1,8 раза больше нижней.

Примененное различие в толщине обкладок обеспечивает дополнительную сдвиговую деформацию заготовки. Такая асимметрия в очаге деформации, выравнивает усилия в очаге и является стабилизирующим фактором устойчивого процесса пакетной прокатки и сводит на нет вероятность образования масленок в титановых заготовках, практически исключает их сваривание при наличии между ними разделительного слоя.

Пакетная прокатка производится при установочной температуре нагрева $950 \pm 50^\circ\text{C}$ за несколько проходов с суммарной степенью деформации 70 - 90% с последующим отжигом при температуре $920 \pm 70^\circ\text{C}$ с дальнейшим охлаждением на воздухе. Условия термомеханической обработки подобраны опытным путем, при которых вводимая в заготовку термическая и механическая энергия позволяют получить в сплаве однородную равноосную мелкозернистую микроструктуры, оптимизированную под холодную прокатку.

Затем пакет разбирается и далее производится холодная прокатка каждой заготовки за несколько стадий с суммарной степенью деформации на каждой стадии 40 - 70% с промежуточными вакуумными отжигами при температуре $920 \pm 70^\circ\text{C}$, охлаждение осуществляется с дополнительной продувкой пространства печи высокочистым инертным газом. Деформация менее 40% не выгодна по экономическим соображениям, при деформации более 70% возможно образование трещин. Отжиг в интервале температур $920 \pm 70^\circ\text{C}$ гарантированно снимает наклеп и не ведет к увеличению зерен.

Реализация предлагаемого способа обеспечивает возможность получения фольги толщиной менее 0,1 мм из интерметаллидных ортосплавов на основе титана.

Для опробования данной технологии в проекте использовался сплав ВТИ4 на основе интерметаллида Ti_2AlNb . Химический состав сплава приведен в таблице 2.1.

Таблица 2.1. Химический состав исследуемого сплава

Ti, %	Al, %	Содержание легирующих элементов, %				
		Nb	Zr	V	Mo	Si
Основа	10,5	39,5	1,2	1,3	0,7	0,16

Слиток плавки был выплавлен двукратным вакуумным дуговым переплавам размерами $\varnothing 190 \times (200 \dots 250)$ мм. Температура полиморфного превращения сплава, определенная методом пробных закалок, составила $(990 \pm 5)^\circ\text{C}$. Из слитка многократной ковкой в β - области были изготовлены слябы $40 \times 440 \times L$ мм, из которых посредством прокатки в β - области были изготовлены листы толщиной $3,5 - 0,5$ мм (может быть $3,5 \pm 0,5$ или просто $3,5$ мм). Далее был произведен раскрой листа на заготовки для пакетной прокатки размерами. После шлифовки заготовки размером $3,0 \times 130 \times 120$ мм были скомплектованы для пакетной прокатки. В кейс укладывали по 3 заготовки. Обкладки подготовили из стали марки СтЗсп размерами:

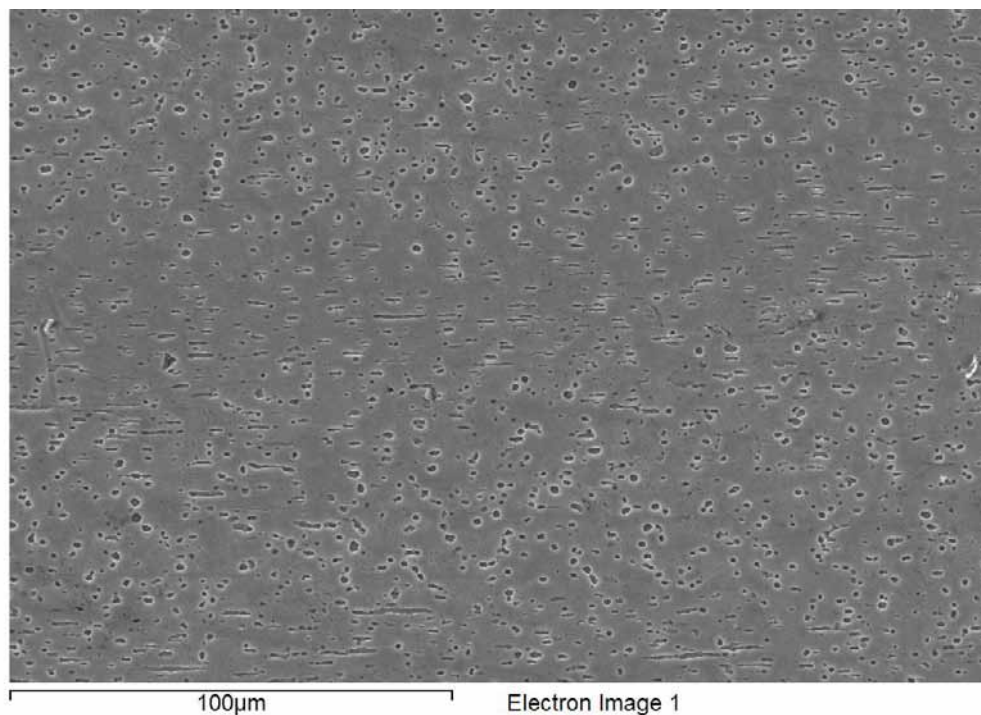
- верхняя $14 \times 200 \times 200$ мм,
- нижняя $10 \times 200 \times 200$ мм.

Сварку пакетов осуществляли с трех сторон, задний торец оставляли открытым.

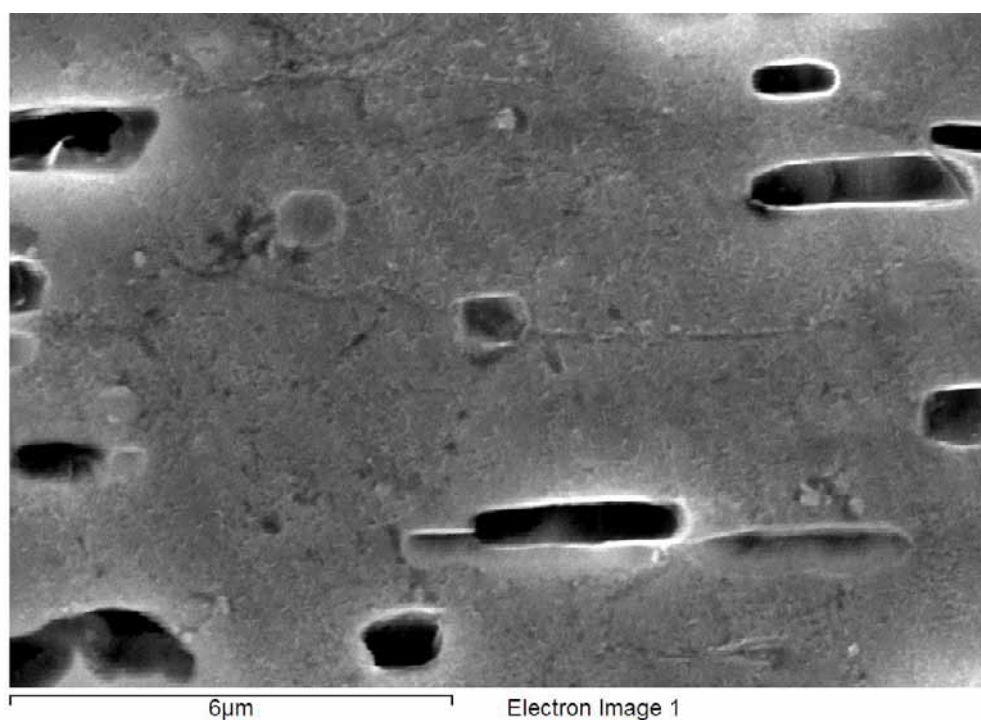
Горячая прокатка (ГП) пакетов от установочной температуры нагрева 950°C осуществлялась на двухвалковом стане (диаметр валков 500 мм) с суммарной степенью деформации 75 % до толщины заготовок 0,7 мм. Отжиг неразобранного пакета был проведен в обычной электропечи при температуре 950°C , продолжительность отжига 20 мин.

На рисунке 2.23 (направление: план) дано металлографическое изображение полученного листа. В структуре (рисунок 2.23а) наблюдаются первичные выделения, которые имеют как глобулярную, так и пластинчатую форму. При этом пластинчатые выделения ориентированы вдоль направления деформации. Основная доля выделений имеет глобулярную форму размером около $0,5 \sim 1,0$ мкм.

Согласно рисунку 2.23б, образец имеет мелкозернистую структуру со средним размером β -зерна 5 мкм. Первичные выделения, в основном, располагаются на границах. Сами границы не являются прямолинейными, форма зерен близка к равноосной, что можно объяснить процессами динамической/постдинамической рекристаллизации, протекающей во время горячей деформации или при последующем охлаждении.



а



б

Рисунок 2.23 Микроструктура фольги после горячей прокатки в пакете и отжига, направление: план (изображение получено с помощью растровой электронной микроскопии во вторичных электронах)

После разборки пакетов и проведение адъюстажных операций, заготовки были подвергнуты холодной прокатке по следующей схеме.

Первая холодная прокатка горячекатаных заготовок на шестивалковом стане со степенью деформации 60 % (ХП 1).

Смягчающая термическая обработка (СО) в вакуумной печи при температуре 870°C.

Вторая холодная прокатка (ХП 2) на шестивалковом стане со степенью деформации 60 % на конечную толщину 80 мкм.

Микроструктура фольги после второй холодной прокатки представлена на рисунке 2.24 (направление: план)

Холодная деформация приводит к изменению формы зерен β -фазы, которые продолжают вытягиваться вдоль направления прокатки. Изменений структуры первичных выделений не обнаружено. Вторичные выделения α -фазы частично переориентируются вдоль направления прокатки.

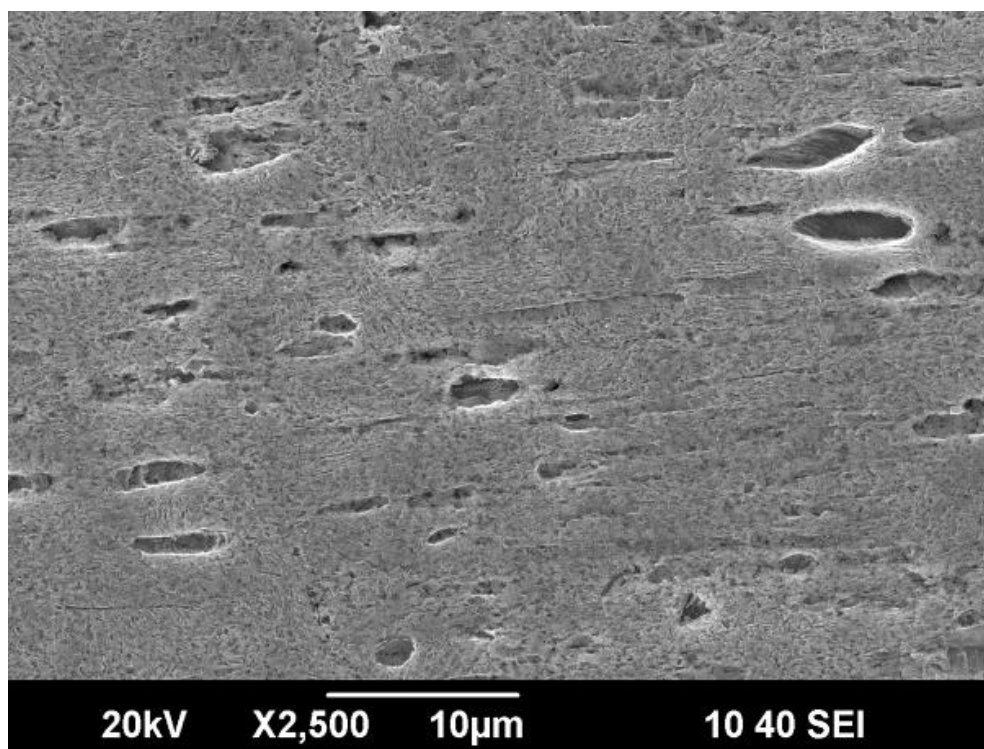


Рисунок 2.24 Микроструктура фольги после второй холодной прокатки ХП2, направление: план (изображение получено с помощью растровой электронной микроскопии во вторичных электронах)

Техническим результатом явилась разработка способа изготовления фольги толщиной до 0,1 мм и менее холодной прокаткой (рисунок 2.25), что позволяет получить из интерметаллидных ортосплавов качественную фольгу со стабильными механическими свойствами и гомогенной структурой, которую можно впоследствии использовать для получения композитных материалов для авиационных планеров нового поколения.



Рисунок 2.25 Фольга из сплава ВТИ4, полученная по рекомендованному способу

Рассмотрим преимущества предлагаемого решения по сравнению с другими способами получения фольги из интерметаллидных сплавов на основе титана.

Известен способ прокатки заготовок из заэвтектоидных $\gamma+\alpha_2$ - сплавов, который относится к обработке сплавов на основе алюминидов титана TiAl (γ -фаза) и Ti_3Al (α_2 -фаза), полученных литьем или методом порошковой металлургии. Способ предусматривает прокатку исходной заготовки с предварительно подготовленной мелкозернистой структурой на лист или фольгу с заданными толщиной и размером зерен, которую осуществляют в заданном интервале скоростей деформации и температур за один или несколько этапов, осуществляемых, в свою очередь, за N проходов в изотермических или квазиизотермических условиях. Техническим результатом изобретения является получение листа и фольги с регламентированной структурой, а также подготовка мелкозернистой микроструктуры в исходных заготовках для осуществления способа прокатки [56].

Недостатками этого способа являются ограниченные размеры производимого полуфабриката, способ малопроизводительный, трудоемкий и адаптирован для производства алюминидов титана.

Известен способ изготовления, подвергаемого холодной обработке изделий из металлического сплава (варианты). Изобретение относится к изготовлению металлических изделий, в частности, из труднообрабатываемых интерметаллических сплавов. Изделие изготавливают из алюминидов железа, никеля или титана. При холодной обработке изделие подвергают наклепу. Проводится быстрый отжиг с выдержкой менее одной минуты. Операции холодной обработки и быстрого отжига могут повторяться до получения требуемых размеров изделия. Изделие может быть получено методами литья, порошковой металлургии или плазменным напылением [57]. Способ требует специального оборудования и не

гарантирует получение изделий со стабильными механическими свойствами и гомогенной структурой.

Известен способ изготовления листов из труднодеформируемых многокомпонентных сплавов, включающий выплавку сплава, литье слитков, горячую и холодную прокатку слитков до заданных размеров листа и отжиг, при этом горячую прокатку слитков производят с поверхностной окисной пленкой в кейсах в условиях стесненного уширения, а холодную прокатку ведут дробно с предварительной и промежуточными закалками, при этом горячую прокатку и промежуточные подогревы перед закалками производят в интервале температур, ниже температуры плавления легкоплавкой составляющей и выше температуры растворения упрочняющих фаз. Способ позволяет получать широкую номенклатуру изделий со стабильными механическими и химическими свойствами состоящих из многокомпонентных сплавов, относящихся к классу дисперсионно-твердеющих и включающих легкоплавкие составляющие компоненты.

Данный способ не может применяться при изготовлении листовых полуфабрикатов из интерметаллидных сплавов, т. к. в нем не учитывается специфика фазовых превращений при термомеханической обработке интерметаллидных ортосплавов.

Таким образом, исходя из вышеприведенных данных, можно заключить, что предложенный в проекте способ получения фольги из орторомбических сплавов с использованием пакетной прокатки и регламентированием параметров термомеханического воздействия является конкурентноспособным по отношению к имеющимся в настоящее время техническим решениям за счет более высокой технологичности и возможности использования стандартного технологического оборудования..

Раздел 3. Разработка рекомендаций по использованию результатов проведенных НИР

3.1. Рекомендации по использованию результатов проведенных НИР на монокристалльных лопатках из никелевых сплавов с жаростойкими градиентными покрытиями

На предыдущих этапах работы были выполнены комплексные исследования структуры и свойств монокристалльных лопаток из современного сплава ЖС36-ВИ в процессе получения, ВГО, термической обработки и при стендовых испытаниях, предложены технологические схемы получения новых многокомпонентных жаростойких покрытий ИПП и ГЦП на эти лопатки, позволяющие значительно увеличить эксплуатационный ресурс. В настоящем разделе рассмотрены рекомендации по созданию системы производства монокристалльных лопаток из современного сплава ЖС36-ВИ с жаростойкими градиентными покрытиями для авиационных ГТД нового поколения.

Для получения качественных жаростойких покрытий предлагается использовать модернизированная промышленная установка МАП-1М или МАП-2 (МАП-2 – вариант установки МАП-1М с компьютерным управлением), которая представлена на рисунках 1.16 и 3.1. Технические характеристики установки МАП-2 приведены в таблице 3.1.

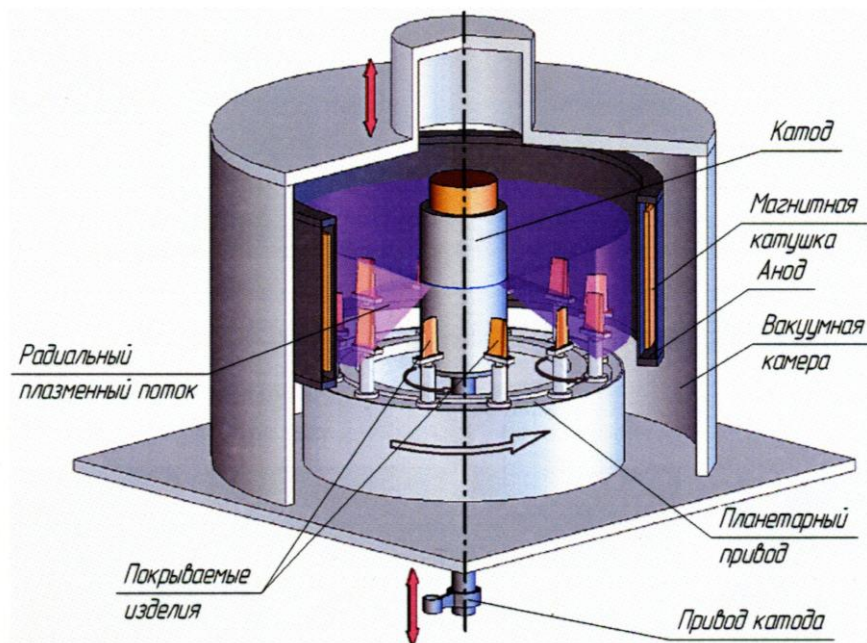


Рисунок 3.1 Схема ионно-плазменной установки МАП-2

Номенклатура получаемых защитных и технологических покрытий представлена в таблице 3.2.

Таблица 3.1 – Технические характеристики установки МАП-2

Технические характеристики	Значение
Установочная мощность, кВт	80
Питающее напряжение, В	3х380
Расход воды, м ³ /ч	1,8
Предельное разрежение, Па (мм рт.ст.)	$6,8 \times 10^{-3}$ (5×10^{-5})
Количество каналов для подачи реактивного газа, шт	3
Диапазон регулирования расхода газа для 1-2 (3) каналов, нл/ч	1,8-18 (3,6-36)
Газоразрядный источник ионов аргона: рабочее напряжение, кВ ток разряда, мА	1,5-3 150-400
Ток и напряжение генератора плазмы: А, В	400-1000, 35 ±5
Скорость испарения при токе дуги 700 А, г/мин	4 ±1
Напряжение на покрываемых деталях, В	10-1000
Ионный ток на покрываемых деталях, А	до 50
Количество вращающихся позиций для установки покрываемых деталей, шт	24
Высота зоны покрытия вдоль оси вращения, мм	не более 200
Максимальный диаметр покрываемых деталей вращения, мм (шт.)	65 (24); 130 (12)
Габарит установки, мм	2100х4600х2650
Масса установки, кг	1850

После работ Д. Росса по структурному анализу в проектировании имеется достаточно образное (рисунок 3.2) и однозначное представление любой технологии через входные потоки (1), механизм управления (2), передел (4), результаты (5) и механизм реализации (3), включающий исполнителей – людей (3а) и их инструменты (3б). На всех этапах жизненного цикла любой технологии работают люди, их интеллект. При создании и развитии – это

интеллект разработчика, ученого, эксперта. При функционировании – интеллект лица, принимающего решение.

Таблица 3.2 – Ионно-плазменные защитные и упрочняющие покрытия для лопаток ГТД

Тип покрытия	Назначение	Сплав (конструкция покрытия)	Система покрытия
Алюминидные диффузионные покрытия	Защита от газовой коррозии в области температур 950-1050°C	ВСДП-П(ВП) ВСДП-13(ВП) ВСДП-15(ВП)	Ni-Al-Si-Y Ni-Al-Si-B Ni-Al-Cr-Si-Y
Легированные алюминидные диффузионные покрытия	Защита от газовой коррозии в области температур 1000-1100°C соединительные слои ТЗП	СДП-1 + ВСДП-11(ВП) СДП-2 + ВСДП-11(ВП) СДП-2 + ВСДП-16(ВП) ВСДП-8(ВП) + ВСДП-18(ВП) ВСДП-9(ВП)+ ВСДП-18(ВП)	Ni-Al-Cr-Co-Si-Y Ni-Al-Cr-Si-Y Ni-Al-Cr-Y Ni-Al-Cr-W-C-Y Ni-Al-Cr-Ta-Y
Конденсированные покрытия	Защита от газовой коррозии в области температур 1050-1100°C Защита от сульфидно- оксидной коррозии в области температур 800-950°C Защита от пылевой эрозии лопаток компрессора Защита от износа при $t < 900^\circ\text{C}$ Покрытия-припои для получения паяных сое- динений тонко- стенных конструкций из ЖС	СДП-2 ВСДП-5(7) СДП-1 СДП-6 ВЭСС-1 ВЭСТ-1 ВЖЛ-2 ВПр24, ВПр27, ВПр32, ВПр36	Ni-Cr-Al-Y Ni-Cr-Al-B Ni-Co-Cr-Al-Y Co-Cr-Al-Ni-Y Cr ₃ C ₂ TiN Ni-Cr-Co-W-Mo- Al-C -
Кондесационно- диффузионные покрытия	Защита от газовой коррозии в области температур 1100-1200°C Соединительные слои ТЗП Защита от сульфидно оксидной коррозии в области температур 800- 950°C Защита от солевой коррозии в области температур $< 700^\circ\text{C}$	СДП-2 + ВСДП-16(ВП) ВСДП-8 + ВСДП-18(ВП) ВСДП-9+ВСДП-18(ВП) СДП-1 + ВСДП-13(ВП) СДП-1+ВСДП-20(ВП)	(MeC)+{Ni-Cr-Al-Y} +(Ni-Al-Cr-Y) (Ni-Cr-Al-W-C-Y)+ +(Ni-Al-Cr-Y) (Ni-Cr-Al-Ta-Y)+ +(Ni-Al-Cr-Y) (Ni-Co-Cr-Al-Y)+ +(Ni-Al-Si-B) (Ni-Co-Cr-Al-Y) +(Ni-Al-Co-Si-Y)
Ионное насыщение поверхности конструкционных сталей	Защита от солевой коррозии в области температур $< 700^\circ\text{C}$	Алюмо-кобальт-иттрий- силицирование из плазмы катода ВСДП- 20	Fe-Co-Al-Si-Y

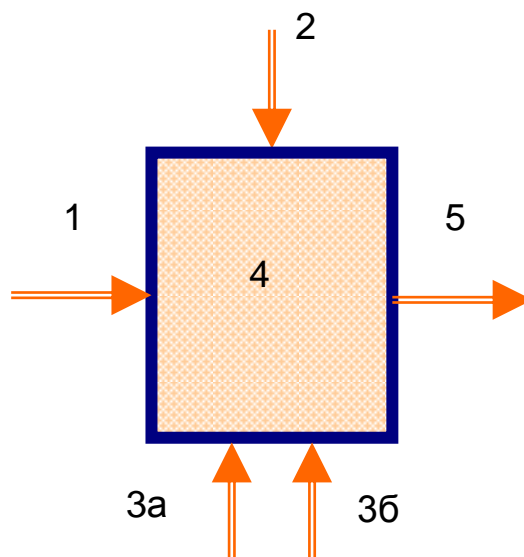


Рисунок 3.2. Модельный образ технологии

На основании этого подхода предложена система обеспечения жизненного цикла производства градиентных жаростойких покрытий для монокристаллических лопаток ГТД (рисунок 3.3), которая включает следующие основные компоненты: 1 - производство комплексных градиентных покрытий; 2 - подсистема обеспечения жизненного цикла: 2.1-создания, 2.2 - функционирования, 2.3 -поддержки функционирования, 2.4 - развития, 2.5 - замены; 3- подсистема управления: 3.1 - децентрализованного, 3.2 - централизованного; предлагаемые решения – штриховка).

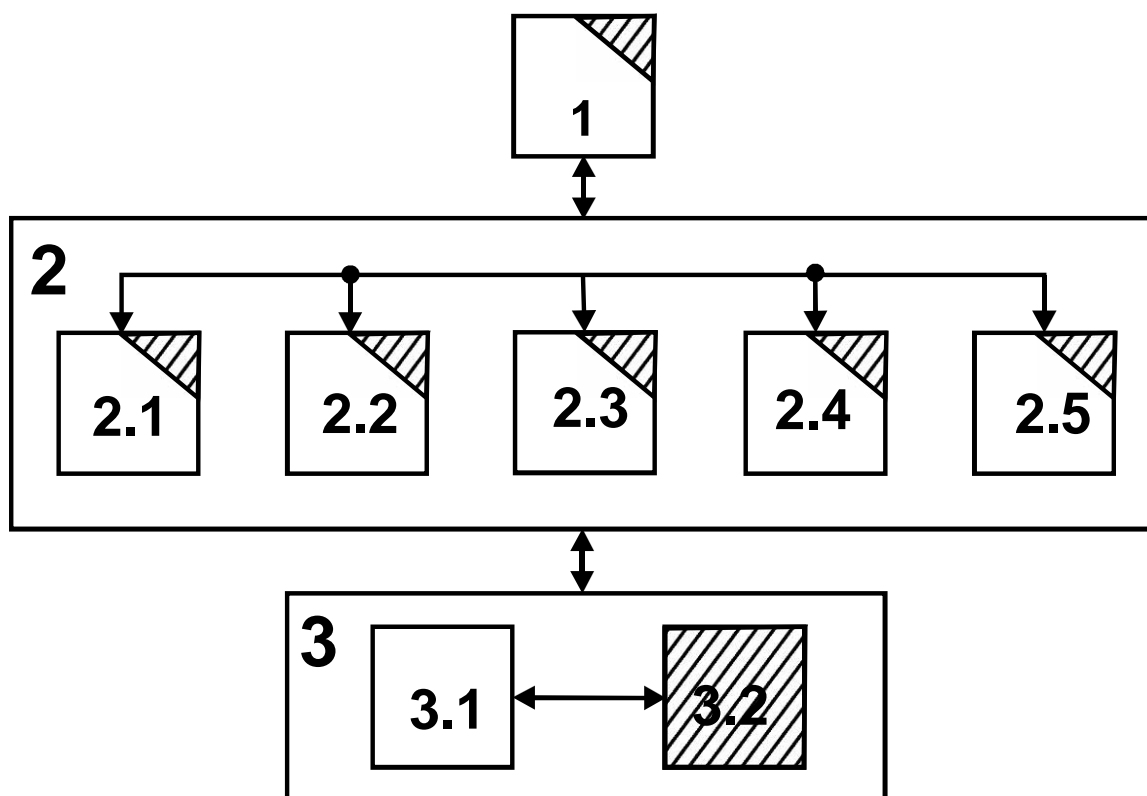


Рисунок 3.3. Система обеспечения жизненного цикла производства комплексных защитных покрытий

Для обеспечения работоспособности и необходимого ресурса работы монокристалльных лопаток для ГТД нового поколения разработана следующая программа производства комплексных защитных покрытий для лопаток ТВД (таблица 3.3).

Таблица 3.3 – Основные характеристики работ

№ п/п	Объект исследования	Предмет исследования	Виды работ	Результат
1	Оборудование	Параметры, структура, функционирование	Техническое задание на проектирование промышленных установок ГЦП, МАП и создание типового участка	Соответствие ТЗ, паспортизация, непрерывная эксплуатация, повышение объемов производства
2	Технология	Параметры, оптимизация ГЦП, ИПП, совмещение ГЦП с ИПП	Оптимизация составов и параметров нанесения ГЦП, ИПП. Конструирование комплексных жаростойких покрытий. Оптимизация подготовки поверхности лопаток при нанесении покрытий	Оптимальные параметры, улучшение качества, базовый техпроцесс, расширение номенклатуры лопаток
3	Производство	Технологическая подготовка производства	Анализ технологических решений	Выбор схемы нанесения защитного покрытия на лопатки различных ГТД

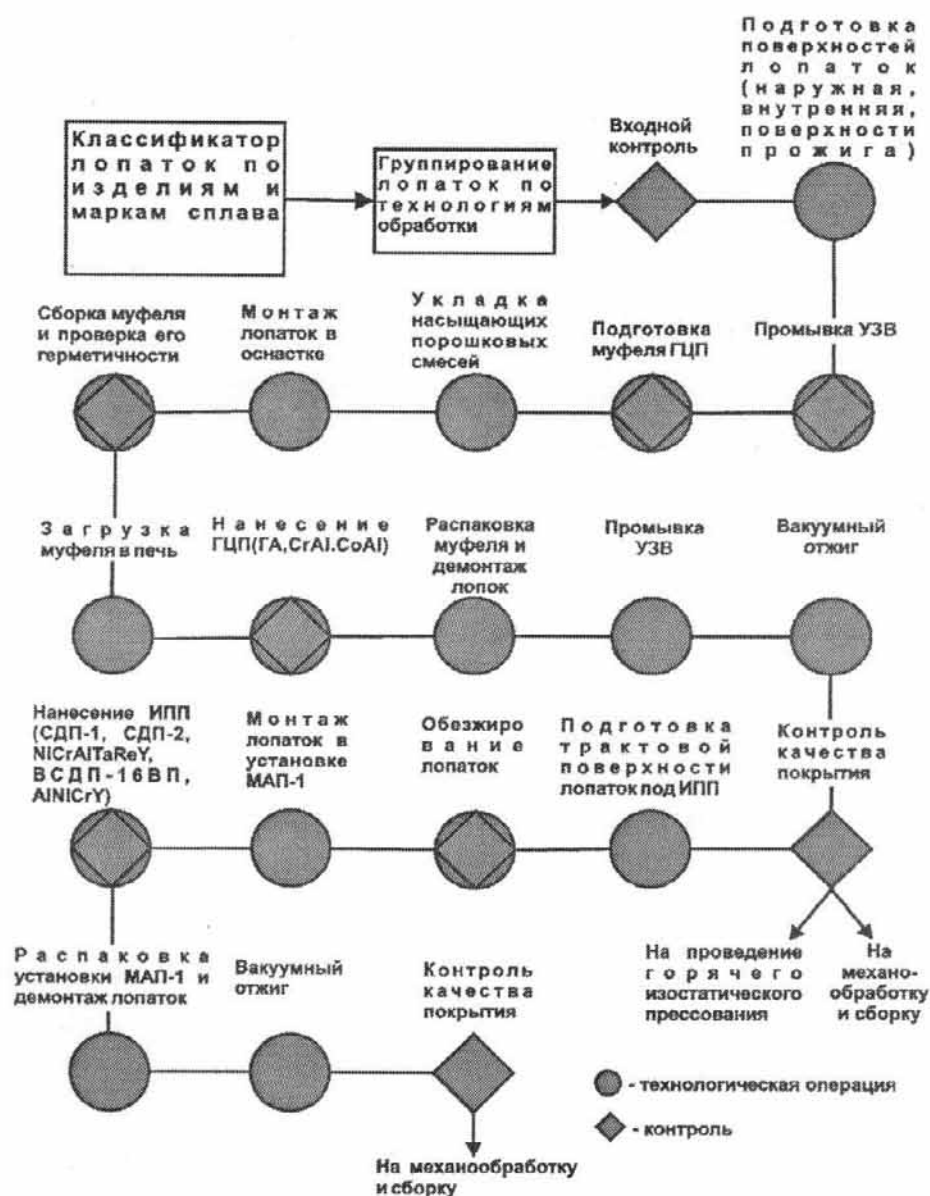


Рисунок 3.4. Схема гибкой промышленной технологии нанесения жаростойких градиентных покрытий на монокристалльные лопатки ГТД

Из этой программы в настоящее время уже реализованы следующие аспекты: создан перспективный промышленный процесс получения ГЦП в полостях и перфорационных отверстиях охлаждаемых монокристалльных лопаток; разработаны научные основы и получены комплексные (ГЦП+ИПП) высокоресурсные градиентные жаростойкие покрытия для тракторной поверхности лопатки; опробована в промышленных условиях технология нанесения градиентных жаростойких покрытий на лопатки. При разработке каждого последующего двигателя нового поколения возрастающие конструкторские требования все в меньшей степени обеспечиваются существующими технологическими методами. Решение этих противоречий может быть обеспечено созданием прогрессивных технологий, высокопроизводительного оборудования и управлением системой технологического обеспечения.

На основании анализа технологических решений рекомендуется к использованию следующая технологическая схема нанесения жаростойких градиентных покрытий на монокристалльные лопатки из современных никелевых сплавов, включая изученный в работе сплав ЖС36-ВИ, для ГТД нового поколения (рисунок 3.4).

Базируясь на вышеописанных подходах для монокристалльных лопаток ТВД ЖС36-ВИ авиационных ГТД рекомендованы и получены высокоэффективные градиентные защитные покрытия (смотри предыдущие разделы).

Обоснованность и достоверность получения необходимых качественных покрытий подтверждается тем, что в результате совместных хозяйственных работ с ООО «Турбомет» (г. Екатеринбург) получено и прошло успешное опытно-промышленное опробование комплексное градиентное покрытие ГЦП CrAl + NiCrAlTaReY + AlNiCrY (см. рисунок 1.17) обладающее уникальными защитными свойствами при $T = 1100 - 1250^{\circ}\text{C}$ (рисунок 1.18), предназначенное для монокристалльных лопаток из сплава ЖС36-ВИ [001] для перспективных ГТД 5-го поколения.

Итоговым показателем эффективности разработанной к применению системы производства является ее конкурентоспособность и наличие устойчивой ниши по разработке составов и технологий нанесения покрытий на лопатки современных ГТД нового поколения и различного применения. Технология нанесения ионно-плазменных покрытий создавалась, как альтернатива известным методам получения защитных покрытий на лопатках турбин (диффузионное насыщение поверхности, газотермическое напыление из порошков, электронно-лучевое напыление), не уступающая или превосходящая их по следующим параметрам: получение покрытий заданного состава из многокомпонентных сплавов без ограничений по легированию; точность воспроизведения элементного состава и толщины покрытия в условиях серийного производства; мелкозернистое строение, плотность, пластичность материала покрытия и высокая адгезия его к основе; надежность и доступность промышленного оборудования; простота способов подготовки поверхности под покрытие; универсальность, производительность и экономическая эффективность промышленного процесса и др.

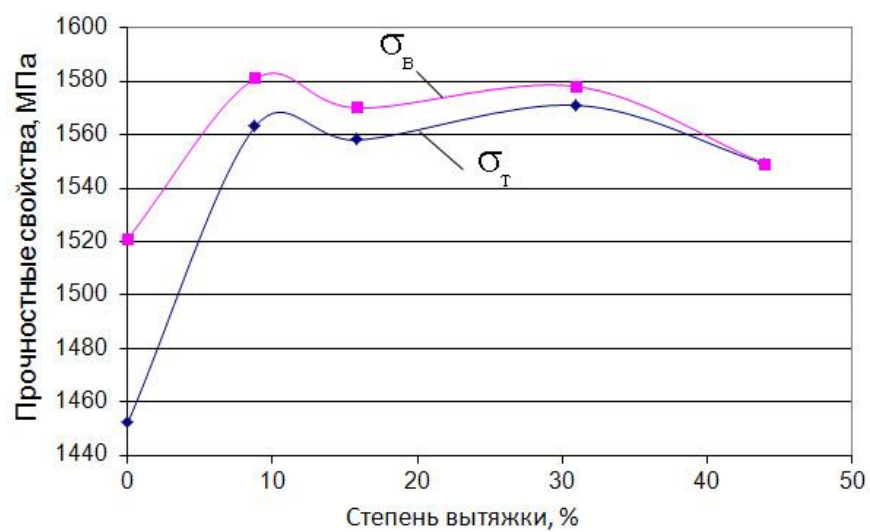
Высокая термостабильность монокристалльных лопаток из сплава ЖС36-ВИ с жаростойкими защитными покрытиями подтверждена результатами описанных в предыдущем разделе стендовых испытаний.

Рекомендованная к использованию система производства жаростойких градиентных защитных покрытий может быть базой для решения проблемы нанесения защитных покрытий на монокристалльные лопатки с проникающим (транспирационным) охлаждением для новейших двигателей 5-го поколения.

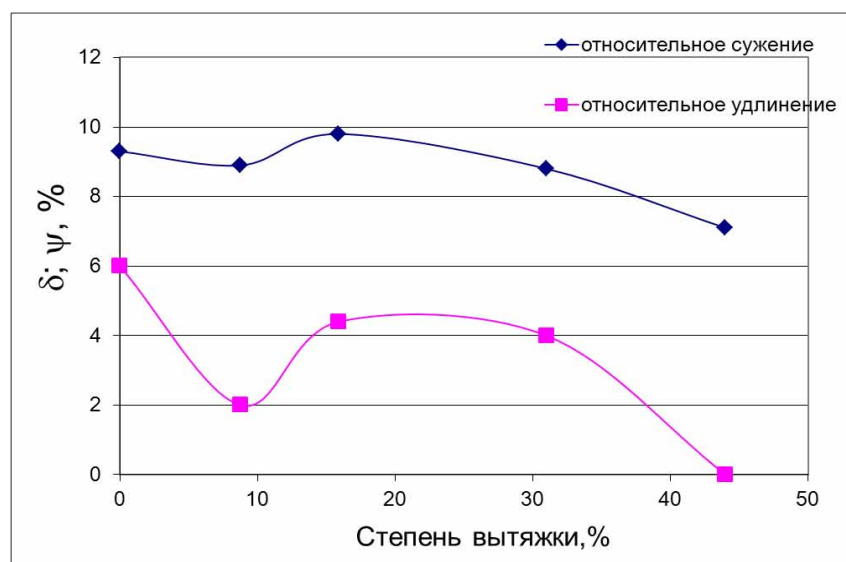
3.2. Рекомендации по получению в высокопрочном состоянии полуфабрикатов (пруток, проволока) из двухфазного сплава титана

Максимальный эффект упрочения при НТМО достигается для сплавов титана с $K_{\beta} \sim 1,1 \dots 1,4$, при этом не учитывается деформационная нестабильность фаз. В свою очередь в сплавах с $K_{\beta} \sim 1$ при деформации могут протекать фазовые превращения II рода, которые могут вносить существенные изменения в комплекс физико-механических свойств сплава. Поэтому влиянию деформации на формирование структуры и фазового состава сплава BT16 и его аналогов посвящено много работ [58-61]. При этом в большинстве из них исследуется деформация сплава BT16, закаленного на метастабильную β -фазу [58, 59], другая часть направлена на изучение процессов, происходящих при деформации сплава, закаленного из β -области на α'' -мартенсит [60]. В проекте на базе проведенных на 3-м этапе исследований (см. раздел 3 отчета за 3-й этап) был предложен режим НТМО, включающий холодную деформацию прокаткой со степенью вытяжки от 9 до 45% сплава BT16, закаленного от $T_3 = T_{\text{пл}} - 10^\circ\text{C}$ (850°C) на α'' -мартенсит, с минимальным количеством первичной α -фазы в структуре, что сдерживает рост β -зерна во время выдержки при температуре закалки в соответствии с подходом, разработанным в [62] с последующим отпуском при 500°C , 3 часа. Режим отпуска обеспечивает, по данным РСФА, формирование структуры близкой к равновесной. Механические свойства после НТМО представлены на рисунке 3.5.

Как видно из представленных данных по механическим свойствам (рисунок 3.5) после отпуска при 500°C в течение 3 часов все образцы имеют высокую прочность $\sigma_{0,2} > 1450$ МПа, $\sigma_b > 1500$ МПа, при относительно невысокой пластичности $\delta < 5\%$, $\psi = 7,5 \dots 10\%$. Следует отметить, что в этом случае уровень прочностных характеристик образцов после отпуска практически не зависит от степени холодной деформации в интервале $9 \dots 31\%$ и снижается при холодной деформации 45% по причине разрушения практически в упругой области. В тоже время полученные прочностные свойства образцов после холодной деформации, подвергнутых отпуску, выше, чем непосредственно после закалки. Анализ тонкой структуры состаренного сплава после холодной деформации 16% показал, что распад мартенсита в том и другом случае идет с образованием очень дисперсных (меньше 10 нм) частиц α – фазы (рисунок 3.6 б), имеющей ромбические искажения. При этом межфазной границы между выделениями и матрицей не наблюдается и присутствует достаточно сильный деформационный контраст. Это свидетельствует о сохранении когерентности границ между частицами и матрицей, что вызывает большие упругие искажения. Очевидно, что именно выделения высокодисперсной вторичной α – фазы с ромбическими искажениями обуславливают формирование высокопрочного состояния.



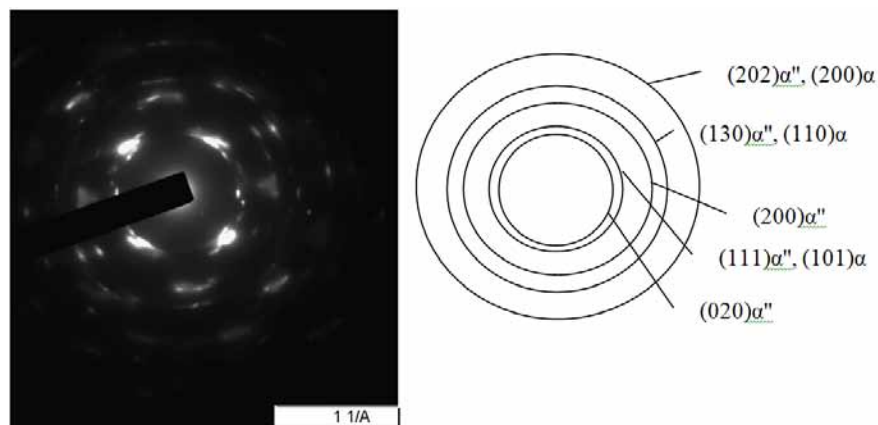
а



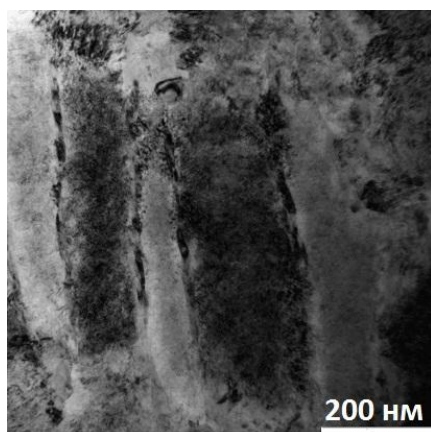
б

а – прочностные свойства, б – пластические свойства

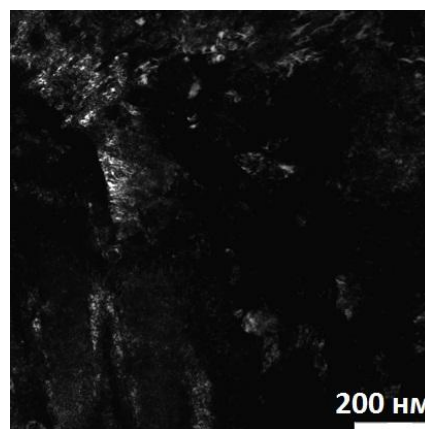
Рисунок 3.5 Изменение механических свойств сплава в зависимости от степени вытяжки деформированных образцов после отпуска при 500 °С и выдержки 3 часа



а



б



в

а - микродифракционная картина и схема ее расшифровки сплава; б - светопольное изображение в – темнопольное изображение в рефлексе $(200)\alpha''$

Рисунок 3.6 Тонкая структура сплава ВТ16 после холодной деформации на 16 % вытяжку и отпуска при 500 °С, выдержке 3 часа

Наиболее высокий комплекс свойств в данном случае дает НТМО, включающая закалку от 850°С, холодную деформацию со степенью 16% и отпуск при 500°С в течение 3-х часов: $\sigma_{0,2} > 1550$ МПа, $\sigma_b > 1570$ МПа, $\delta > 4$ %, $\psi > 9$ %. Такая обработка может быть рекомендована для получения прутковых и проволочных полуфабрикатов из сплава ВТ16 в высокопрочном состоянии, в частности для изготовления различных силовых пружин в авиационном планере, как из проволоки, так и прутка. При изготовлении пружины из проволоки необходимую холодную деформацию можно получать непосредственно в ходе холодной навивки, а при изготовлении пружин из прутка за счет его сверления и токарной обработки, процессы закалки и холодной деформации должны проводиться на прутке, а отпуск на конечной пружинной заготовке.

Образцы прутковых полуфабрикатов после НТМО и изготовленные высокопрочные пружины из проволоки и прутков из сплава ВТ16 представлены на рисунке 3.7.



а



б



в

Рисунок 3.7 Прутки, полученные с использованием НТМО по предлагаемой схеме (а) и образцы высокопрочных пружин из проволоки (б) и прутка (в) из сплава ВТ16

3.3. Рекомендации по режиму термической обработки прутковых полуфабрикатов из титанового сплава BT18Y, обеспечивающего повышение жаропрочных свойств

В разделе 1.3. были получены высокие характеристики механических свойств и длительной прочности на сплаве 1 за счет разработанного режима упрочняющей термической обработки - температура 1-й ступени $T_{\text{нп}} - 20^{\circ}\text{C}$, выдержка 1 час, воздух, температура второй ступени – 500°C , 2 часа, воздух. Данный режим был опробован для прутков сплава BT18Y $\varnothing 20$ и 25мм промышленных партий производства ОАО «Корпорация ВСПО-АВИСМА. Получены следующие результаты. При серийной технологии изготовления готовые прутки, прокатанные в $\alpha + \beta$ -области, подвергаются правке при температурах β -области. Это делается с целью получения пластинчатой структуры для обеспечения жаропрочности сплава. Образцы для механических испытаний термообрабатываются при температуре 930°C с выдержкой в течение одного часа и последующим охлаждением на воздухе. Для проведения исследований были отобраны образцы от горячекатаных прутков до проведения правки и термообработаны по рекомендованному режиму: нагрев на температуру ($T_{\text{нп}} - 20^{\circ}\text{C}$), выдержка 1 час, охлаждение на воздухе; нагрев на температуру 500°C , выдержка 2 часа, охлаждение на воздухе. Для прутков $\varnothing 25$ мм, кроме того, проводилась термообработка по такому же режиму, но при температуре первой ступени ($T_{\text{нп}} - 30^{\circ}\text{C}$). Результаты серийных испытаний механических свойств и испытаний после термообработки по опытным режимам приведены в таблице 3.4. Анализ этих данных показал, что прутки с $\alpha + \beta$ -структурой, обработанные по экспериментальным режимам, обеспечивают высокий комплекс механических свойств, включая жаропрочные. Для получения высокого уровня ударной вязкости и длительной прочности более предпочтительна температура первой ступени $T_{\text{нп}} - 20^{\circ}\text{C}$.

Для дисков из сплава BT18Y, изготовленных в $\alpha + \beta$ -области, ранее не удавалось получить жаропрочные свойства, удовлетворяющих требованиям к данному виду изделий по ОСТ1 90197. Учитывая полученные в работе результаты исследований, была проведена термообработка диска по режиму: нагрев на температуру ($T_{\text{нп}} - 15^{\circ}\text{C}$), выдержка 2 часа, охлаждение на воздухе; нагрев на температуру 500°C , выдержка 6 часов, охлаждение на воздухе. В результате впервые для диска из сплава BT18Y со структурой глобулярного типа получен комплекс механических свойств, включая временное сопротивление разрыву и длительную прочность при 600°C , полностью удовлетворяющий требованиям стандарта: $\sigma_{\text{в}} = 1025$ МПа, $\delta = 17\%$, $\Psi = 31\%$, $KCU = 0,32$ МДж/м², $KCT = 0,09$ МДж/м², $\sigma_{\text{в}}^{600^{\circ}\text{C}} = 605$ МПа, длительная прочность при 600°C и $\sigma = 294$ МПа – 90 часов.

Таблица 3.4 Механические свойства прутков Ø20 и 25мм из сплава ВТ18У промышленных партий

Режим термообработки	Тип структуры	Механические свойства							
		$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	δ , %	Ψ , %	КСУ, МДж/м ²	КСТ, МДж/м ²	$\sigma_B^{600^{\circ}\text{C}}$, МПа	Длит. прочность при 600°C и $\sigma=275$ МПа, часов
Ø20мм									
930°C, 1 час, воздух	β	—	960	19	38	0,44	—	605	>50
(T _{пп} - 20°C), 1 час, воздух; 500°C, 2 часа, воздух	α+β	875	985	21	43	0,55	0,27	600	87
Ø25мм									
930°C, 1 час, воздух	β	—	970	17	32	0,40	—	615	>50
(T _{пп} - 20°C), 1 час, воздух; 500°C, 2 часа, воздух	α+β	870	970	16	39	0,46		630	103
(T _{пп} - 30°C), 1 час, воздух; 500°C, 2 часа, воздух	α+β	870	970	17	39	0,44		590	68

Таким образом, предложен способ термической обработки титановых сплавов типа BT18У с глобулярной структурой, включающий операции высокотемпературного нагрева до $(T_{\text{пп}} - (15-20))^{\circ}\text{C}$ и последующий низкотемпературный нагрев до 500°C при котором выделение силицидов и алюминидов не оказывает заметного отрицательного влияния на механические свойства, что обеспечивает их высокий уровень при комнатной температуре и высокую кратковременную и длительную прочность свыше 100 часов при температуре 600°C . Рассмотренный режим может быть перспективен в плане термической обработки дисков из сплава BT18У для новых двигателей с повышенным ресурсом работы.

4. Разработка технического задания на проведение опытно-конструкторских работ по результатам проведенных исследований

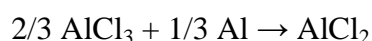
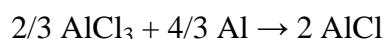
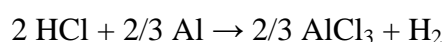
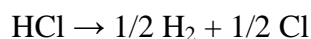
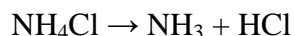
Как показано в проведенных в работе исследованиях при разработке лопаток ГТД нового поколения кроме материала лопатки большую роль играет нанесение на поверхность лопатки качественного защитного жаростойкого покрытия, при этом для исследованных в работе монокристаллических лопаток из сплава ЖС36-ВИ в качестве первого типа покрытия лучше всего использовать покрытия, полученные газоциркуляционным методом. Повышение качества такого рода покрытий можно обеспечить за счет создания нового оборудования, базирующегося на последних достижениях в области проведения этого процесса.

При нанесении газоциркуляционных покрытий (ГЦП) генерирование насыщающей газовой среды осуществляется при нагреве порошковой смеси, помещенной отдельно от деталей в одном герметичном муфеле, а техпроцесс нанесения ГЦП происходит при избыточном давлении газовой среды. С этой целью необходимо использовать центробежный вентилятор, скорость вращения которого задается по специальной программе, чтобы обеспечить перепад давления и турбулентность газовых потоков возле насыщаемых поверхностей с целью создания оптимальных условий для роста диффузионных слоев и получения равномерных покрытий на высоких деталях сложной конфигурации.

Установка должна включать в себя следующие элементы: шахтную электропечь сопротивления, вакуумно-герметичный муфель, вакуумную систему, систему напуска аргона в муфель и фильтр-холодильника.

В настоящее время известно [16], что нанесение алюминидных покрытий циркуляционным методом на жаропрочные никелевые сплавы необходимо осуществлять в установке в температурном интервале 900–1050°C. Источником алюминия при данном процессе является обычно порошок сплава Fe-Al с регламентированным исходным содержанием алюминия (~ 54–55 мас. %), а активатором – галогенид NH_4Cl .

В камере установки при алитировании могут идти следующие (термодинамически возможные) реакции:

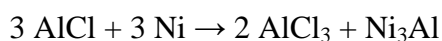
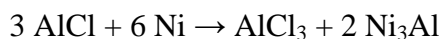


$\left\{ \begin{array}{l} \text{распад} \\ \text{активатора} \end{array} \right.$

$\left\{ \begin{array}{l} \text{реакции} \\ \text{образования} \\ \text{субхлоридов} \end{array} \right.$

(реакции с участием Fe не рассматриваются, т. к. термодинамически они маловероятны в данной системе).

Процесс диффузионного алитирования осуществляется при систематическом восстановлении газопереносчика (транспортной среды) в результате обратимых химических реакций либо реакции типа:



Для осаждения алюминия в интервале температур 700–1700°C при общем давлении 0,101 МПа наиболее вероятны реакции с участием хлоридов алюминия.

Исходя из вышеизложенного в проекте предлагается разработка технического задания на проведение опытно-конструкторских работ по теме:

«Разработка чертежей опытной установки для нанесения газоциркуляционных защитных покрытий (ГЦП) на жаропрочные никелевые сплавы»

1. Цели и задачи работы

1.1. Разработка чертежей рабочего муфеля опытной установки для нанесения ГЦП на жаропрочные никелевые сплавы любой системы легирования.

1.2. Разработка конструкции вентилятора для обеспечения заданного газового потока и перепада давления в установке ГЦП.

Данная работа является продолжением ранее выполненных работ по материалам и защитным покрытиям турбинных лопаток современных ГТД.

2. **Технические требования и характеристики установки** представлены в таблице

Таблица 4.1 Технические требования и характеристики установки ГЦП

Технические характеристики	Значение
Установочная мощность, кВт	40
Питающее напряжение, В	3×380
Расход воды, м ³ /ч	0,5
Предельное разрежение, Па (мм рт. ст.)	5×10 ⁻²
Количество каналов для подачи газа Ar, шт.	1
Диапазон скоростей вращения центробежного вентилятора, об/мин	200-1500
Материал рабочего муфеля	сплавы ХН60ВТ, ХН78Т
Рабочая температура в рабочем муфеле	1000 - 1050°C
Газовая среда	продукты разложения активатора NH ₄ Cl
Высота зоны покрытия деталей, мм	не более 300
Габарит установки, мм	1300×1350×1100
Масса установки, кг	400
Шкаф управления установкой, шт	1

4. Этапы работы

Этап №	Наименование этапа	Сроки выполнения с учетом времени на сдачу этапов и работы в целом		Результат (предъявляемые документы)
		начало	окончание	
1.	Разработка чертежей установки для нанесения ГЦП	1.01. 2012	31.12.2012 г.	Чертежи установки

5. Требования к разрабатываемой документации

Вся отчетная документация представляется Заказчику в отпечатанном виде, а также на магнитных носителях.

6. Перечень научно-технической продукции, предъявляемой по завершению работы:

Чертежи установки для нанесения ГЦП.

7. Порядок выполнения и приемки работы

7.1. Приемка работы осуществляется в соответствии с положениями заключаемого договора.

8. Сроки выполнения работы

Начало – Январь 2012 г.

Окончание – Декабрь 2012 г.

9. Заказчик и исполнители работы

9.1. Заказчик – Министерство образования и науки РФ

9.2. Исполнитель – ФГАОУ «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина».

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По данному Государственному контракту № 02.740.11.0160 от 25 июня 2009 г. в целях реализации проблемно-ориентированных научных исследований по проекту: «Авиационные материалы для конструкций планеров и двигателей 5-го поколения» на четвертом этапе и в целом по проекту был выполнен следующий комплекс работ (поэтапно):

- этап 1 - Выбор направлений исследований и обоснование конкретных химических составов и способов получения перспективных авиационных материалов на основе 3-d-переходных металлов.

Проведен анализ научно-технической литературы, нормативно-технической документации и других материалов, относящихся к жаропрочным и конструкционным материалам на основе титана и никеля, которые могут быть использованы для конструкций авиационных планеров и двигателей 5-го поколения

Сформулированы конкретные направления решения задач по созданию перспективных авиационных материалов на основе сплавов и интерметаллидов никеля и титана для различных областей конструкционного и функционального назначения и проведена их сравнительная оценка. Осуществлен выбор составов сплавов на основе интерметаллидов Ni_3Al (ЖС36-ВИ), Ti_2AlNb (ВТИ4), NiTi (двойные и легированные гафнием и медью), а так же сплавов титана (типа ВТ18У, ВТ16), которые могут быть использованы для конструкций авиационных планеров и двигателей 5-го поколения.

Проведено обоснование принятых направлений комплексных исследований полученных материалов, которые включают аттестацию структурного, фазового состояния, химического состава, использование термического анализа и различного вида механических испытаний.

Предложены способы решения поставленных задач с использованием современных технологических методов получения исследуемых сплавов на основе 3-d металлов (например, монокристалльное литье никелевых сплавов, СБЗР) и обработки, в частности, высокотемпературная газостатическая обработка, газотермическое напыление покрытий для жаропрочных монокристаллических никелевых сплавов, интенсивная пластическая деформация сплавов на основе никелида титана, термомеханическая обработка орторомбического алюминидов Ti_2AlNb , что позволяет расширить области использования исследуемых материалов для различных областей конструкционного и функционального (память формы) применения в авиационной технике.

Разработаны общие методики проведения исследований и основные подходы по получению высоких конструкционных и функциональных характеристик (жаропрочность, память формы) в исследуемых сплавах на основе интерметаллидов Ni_3Al , Ti_2AlNb , NiTi , а так же конструкционных и жаропрочных сплавов титана. Предложена методика оценки

жаропрочных характеристик псевдо- α - сплавов с интерметаллидным упрочнением по параметрам несоответствия периодов решеток, измеренных рентгеноструктурным методом, для матричной (α -фазы) и выделяющейся упорядоченной α_2 - фазы.

Осуществлена выплавка планируемых для исследования авиационных материалов на основе 3-d-переходных металлов.

- этап 2. Выполнение фундаментальных экспериментальных исследований, направленных на решение поставленных задач по получению высоких конструкционных и функциональных характеристик в исследуемых авиационных материалах.

С использованием современных методов синтеза (монокристалльное литье, быстрая закалка из расплава, термомеханическая обработка, газотермическое напыление и др.) получены жаропрочные поликристаллические титановые сплавы с интерметаллидным упрочнением, монокристаллические никелевые ($\gamma'(\text{Ni}_3\text{Al})+\gamma$) сплавы с защитными градиентными покрытиями для повышения жаростойкости, тонкомерная матрица на основе орторомбического алюминида Ti_2AlNb в виде фольги для волокнистого композита, многокомпонентные функциональные сплавы на основе никелида титана.

Проведена комплексная аттестация структуры, фазового состояния, физико-механических свойств исследуемых перспективных авиационных материалов на основе сплавов и интерметаллидов никеля и титана для различных областей конструкционного и функционального назначения.

С использованием специализированных программных пакетов осуществлен расчет и моделирование процесса охлаждения в различных условиях при проведении термомеханической обработки сплава на основе орторомбического алюминида Ti_2AlNb в ходе получения фольги, проведена экспериментальная проверка модельных представлений и результатов расчета.

Проведено патентное исследование, выполненное по ГОСТ 15.011-96 в области разработки новых составов, технологий получения и обработки материалов на основе сплавов титана, монокристаллических жаропрочных никелевых сплавов и используемых жаростойких покрытий, которые могут применяться в качестве авиационных материалов для конструкций планеров и двигателей.

На базе разработанных технологических схем проведена обработка исследуемых материалов с использованием современных технологических методов: - высокотемпературная газостатическая обработка (жаропрочные монокристаллические никелевые ($\gamma'(\text{Ni}_3\text{Al})+\gamma$) сплавы); термическая и термомеханическая обработка (жаропрочные псевдо- α - титановые сплавы с интерметаллидным упрочнением, сплав на основе орторомбического алюминида Ti_2AlNb); интенсивная пластическая деформация (функциональные сплавы на основе никелида титана), которые способствуют получению высоких конструкционных и

функциональных характеристик в исследуемых авиационных материалах

- этап 3. Выполнение экспериментальных исследований, направленных на отработку научных основ синтеза и обработки авиационных материалов с интерметаллидным упрочнением различного конструкционного и функционального назначения.

Для теоретического обоснования и корректировки технологических подходов по проведению высокотемпературной газостатической обработки (ВГО), обеспечивающей залечивание пор в монокристаллических лопатках из жаропрочных никелевых сплавов, рассмотрена модель микропоры в тонкой стенке отливки лопатки под действием внешнего давления и показано, что параметры технологического процесса ВГО (температура и давление) должны корректироваться, исходя из размеров микропор: при ВГО лопаток с мелкими микропорами сжимающие напряжения должны быть больше, чем при залечивании крупных пор.

На основании экспериментальных и расчетных данных по физико-механическим свойствам сплава ЖС36-ВИ [001] в условиях ВГО отработаны технологические параметры этого процесса и показано, что наибольший эффект залечивания пор и выравнивания химического состава сплава достигается при нагреве в однофазную γ -область до температуры 1320°C и давлением в газостате 180 МПа, обеспечивающем при данной температуре эффективное залечивание микропор, которые наблюдались в сплаве после литья и гомогенизации, и выравнивание химического состава сплава, что обеспечивает значительное повышение длительной прочности лопатки.

Предложены и успешно опробованы рекомендации по корректировке параметров и совершенствованию технологии получения ленты и фольги из сплава ВТИ4, позволяющие сократить и сделать более эффективным процесс получения тонкомерных полуфабрикатов из данного сплава.

Показано, что метод искрового плазменного спекания можно использовать для диффузионной сварки тонкомерных полуфабрикатов из орторомбического алюминид титана и алюминия. Это позволило получить макет монолитного слоистого композита ВТИ4-Al на основе орторомбического алюминид титана, который после оптимизации режимов отжига может быть перспективен в качестве жаропрочного авиационного материала для планера нового поколения.

Рекомендован режим НТМО, включающий закалку от 850°C, холодную деформацию со степенью 16% и отпуск при 500°C в течение 3-х часов для получения прутковых и проволочных полуфабрикатов из сплава ВТ16 в высокопрочном состоянии, в частности для изготовления различных силовых пружин, как из проволоки, так и прутка. При изготовлении пружины из проволоки необходимую холодную деформацию можно получать непосредственно в ходе холодной навивки, а при изготовлении пружин из прутка за счет его сверления и токарной обработки, процессы закалки и холодной деформации должны

проводиться на прутке, а старение (отпуск) на конечной пружинной заготовке.

Установлена зависимость между температурой закалки сплава ВТ16 и температурными интервалами обратного мартенситного α'' – β –превращения, что было использовано для реализации эффекта памяти формы в разработанном фиксирующем стержневом устройстве для проведения остеосинтеза.

Использование, рассмотренных выше скорректированных подходов, рекомендаций, данных по отработке технологических режимов обработки исследуемых материалов позволило изготовить в необходимом объеме качественные образцы различных полуфабрикатов – лопатки (сплав ЖС36-ВИ), ленты, фольги (сплав ВТИ4), прутка, проволоки (сплав ВТ16). Эти образцы были применены для разработки макетов лопатки газотурбинного двигателя из монокристаллического сплава ЖС36-ВИ [001], слоистого композита ВТИ4-А1, фиксирующего стержневого устройства из сплава ВТ16

- этап 4. Обобщение, оценка и проверка результатов проведенных исследований с целью корректировки технологических способов упрочнения, направленных на получение оптимальных свойств разрабатываемых авиационных материалов.

Проведено обобщение материалов предыдущих этапов работ и осуществлена оценка полноты решения задач и эффективности полученных результатов в сравнении с современным научно-техническим уровнем, в ходе которых показано, что:

- разработанные технологические схемы получения (монокристалльное литье), обработки (ВГО, ВПТВЭ и др.), проведенный анализ структуры и свойств монокристаллических лопаток современных ГТД на основе перспективного жаропрочного монокристаллического никелевого сплава ЖС36-ВИ с КГО [001] с жаростойкими защитными градиентными покрытиями (ГЦП CrAl - ИПП (NiCrAlTaReY + AlNiCrY) в полной мере решают поставленные задачи по получению монокристаллических лопаток для газотурбинных двигателей нового поколения из промышленных никелевых сплавов с оригинальными жаростойкими покрытиями, позволяющими увеличить их эксплуатационный ресурс, полученные в ходе работы высокие результаты испытаний, расчетов жаропрочности и жаростойкости полученных материалов подтверждают их высокую эффективность в сравнении с современным научно-техническим уровнем;

- рекомендованная к использованию в данной работе технология СБЗР для получения ленты из двойных сплавов на основе никелида титана обеспечивает формирование СМК и нанокompозитной структуры ($TiNi + Ti_2Ni$), обеспечивающей высокие прочностные и пластические свойства (σ_b до 1780 МПа, δ до 20%) и узкогистерезисные эффекты памяти формы.

- целесообразно рассматривать в качестве перспективных сплавов с памятью формы демпфирующих покрытий для турбинных лопаток двигателей нового поколения

комплекснолегированные сплавы на основе никелида титана - $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$, $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$, полученные методом СБЗР, при этом сплав $Ti_{38}Hf_{12}Ni_{50}$ характеризуется двухстадийным характером обратимого мартенситного превращения по схеме B2-R-B19', а сплав $Ti_{32}Hf_{18}Ni_{45}Cu_5$ – одностадийным по схеме B2-B19' и с более низкими температурами перехода.

- применение использованной в работе технологии многократного РКУП с промежуточными отжигами для сплавов на основе TiNi обеспечивает получение монолитных объемных высокопрочных наноструктурных прутковых полуфабрикатов с контролируемым размером зерна в весьма малых пределах (от 100 до 500 нм) и высоким комплексом физико-механических свойств (σ_b до 1400 МПа, реактивные усилия от 1100 до 1300 МПа), необходимых при создании силовых элементов конструкций с памятью формы, делающим такие сплавы перспективным авиационным материалом функционального назначения;

- за счет варьирования температуры закалки от 750 до $T_{пл}$ в сплаве BT16 можно фиксировать обратное мартенситное β - α' -превращение в широком интервале температур от комнатной до 500-550°C и это может быть использовано при разработке устройств из данного сплава с эффектом памяти формы, которое было реализовано в виде фиксирующего устройства для лечения переломов шейки бедренной кости, происходящих в том числе и при авиационных катастрофах, натурные сравнительные испытания установили более высокую эффективность разработанного устройства по сравнению с используемыми на практике спонгиозными шурупами;

- разработанная методика рентгеноструктурного анализа, позволяющая идентифицировать выделения малые объемные доли алюминидов (α_2) в сплавах типа BT18У обеспечивает возможность расчета несоответствия периодов решеток матричной и выделяющихся фаз для оценки жаропрочных характеристик титановых сплавов с интерметаллидным упрочением;

- анализ превращений и формирования свойств в опытных сплавах 3-6 на основе сплава BT18У в ходе предложенных технологических схем обработки позволил установить закономерности влияния силицидов и алюминидов на комплекс свойств при термической обработке и предложить научно-обоснованные режимы термической обработки промышленного сплава BT18У;

- поставленные в работе задачи по созданию многослойного композита с использованием фольги из орторомбического алюминиды титана, полученной по оригинальной технологической схеме, выполнены в полном объеме. Предложенный метод ИПС показал целесообразность его использования для диффузионной сварки тонкомерных полуфабрикатов, что и позволило получить макеты монолитного слоистого композита ВТИ4-АI на основе орторомбического алюминиды титана, который после оптимизации режимов

отжига перспективен в качестве жаропрочного авиационного материала для планера нового поколения.

В ходе оценки возможности создания конкурентоспособной продукции и услуг по результатам НИР установлено, что:

- полученные по предложенным технологическим схемам рабочие лопатки ТВД с комплексными жаростойкими градиентными покрытиями из монокристаллического сплава ЖС36-ВИ [001] успешно выдержавшие горячие испытания являются конкурентноспособными для их использования в авиационных двигателях нового поколения по отношению к применяемым в настоящее время лопаткам из промышленного сплава ЖС32-ВИ на двигателях старого поколения за счет более высоких характеристик жаропрочности и термической стабильности к выделению охрупчивающих ТПУ-фаз в процессе эксплуатации в рабочем интервале температур;
- предложенный способ получения фольги из сплава на основе орторомбического алюминид титана, как основы для создания композиционных авиационных материалов нового поколения, с использованием пакетной прокатки и регламентированием параметров термомеханического воздействия является конкурентноспособным по отношению к имеющимся в настоящее время техническим решениям за счет более высокой технологичности и возможности использования стандартного технологического оборудования.

Разработаны следующие рекомендации по использованию результатов проведенных НИР:

- по системе получения высокоэффективных жаростойких градиентных покрытий на монокристаллических лопатках из никелевых сплавов для авиационных ГТД нового поколения, работоспособность предлагаемой системы подтверждена в результате успешного ее опытно-промышленного опробования с получением комплексного градиентного покрытия ГЦП $\text{CrAl} + \text{NiCrAlTaReY} + \text{AlNiCrY}$, обладающего уникальными защитными свойствами при $T = 1100 - 1250^\circ\text{C}$, на монокристаллических лопатках из сплава ЖС36-ВИ [001], предназначенных для перспективных авиационных ГТД 5-го поколения.
- по режиму НТМО конструкционного авиационного сплава титана BT16, включающему закалку от 850°C , холодную деформацию со степенью 16% и отпуск при 500°C в течение 3-х часов, обеспечивающего получение высокопрочного состояния ($\sigma_{0,2} > 1550 \text{ МПа}$, $\delta > 4 \%$) в полуфабрикатах, обработка может быть использована для реализации в прутковых и проволочных полуфабрикатах из сплава BT16 высокопрочного состояния, в частности, необходимого при изготовления различных силовых пружин в авиационном планере и других конструкциях различного конструкционного и функционального применения;

- по способу упрочняющей термической обработки прутковых полуфабрикатов из титанового сплава ВТ18У с глобулярной структурой, включающему операции высокотемпературного нагрева до $(T_{\text{пл}} - (15-20))^0 \text{ C}$ и последующий низкотемпературный нагрев до 500^0 C при котором выделение силицидов и алюминидов не оказывает заметного отрицательного влияния на механические свойства, что обеспечивает их высокий уровень при комнатной температуре и высокую кратковременную и длительную прочность свыше 100 часов при температуре 600^0 C , этот режим перспективе можно использовать при обработке деталей из сплава ВТ18У для авиационного двигателя нового поколения (диски, лопатки).

Разработано техническое задание на проведение опытно-конструкторских работ на тему «Разработка чертежей опытной установки для нанесения газоциркуляционных защитных покрытий (ГЦП) на жаропрочные никелевые сплавы».

Проведены патентные исследования по ГОСТ 15.011-96, представленные в отдельном томе, где показано, что по рассматриваемым в проекте объектам исследования наименьшее число патентов зафиксировано по жаропрочным и жаростойким покрытиям, а также способам получения тонкомерных полуфабрикатов из интерметаллидных титановых сплавов и методам их диффузионного связывания, что открывает широкие возможности для патентования разработок по данному направлению. Кроме того, выявлено сравнительно небольшое число патентов по жаропрочным псевдо- α -сплавам титана, что также говорит о высокой патентоспособности по данному объекту исследования.

Осуществлена метрологическая проработка основных используемых методик (приложение Б) позволяющая заключить, что точность измерения количественных параметров рассмотренных в работе физико-механических свойств не хуже заявленных в госконтракте 3-5%.

Все запланированные на 4-й заключительный этап и предыдущие 1-3 этапы государственного контракта работы выполнены в полном объеме, как и основные индикативные и программные показатели (приложение В). Отчет одобрен Ученым Советом металлургического факультета ФГАОУ «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н.Ельцина».

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1 Каблов Е.Н. Литые лопатки газотурбинных двигателей: сплавы, технология, покрытия. М.: МИСиС, 2001. 632 с.
- 2 Шалин Р.Е., Светлов И.Л., Качанов Е.Б. и др. Монокристаллы никелевых жаропрочных сплавов. М.: Машиностроение, 1997. 336 с..
- 3 Кузнецов В.П., Лесников В.П., Мороз Е.В. и др. Структура жаропрочного никелевого сплава ЖС36-ВИ для монокристаллических лопаток ТВД // МиТОМ, 2008. №4. С. 23—26.
- 4 Кулешова Е.А., Глезер Г.М., Петрушин А.В. Влияние параметров структуры на служебные характеристики литейных высокопрочных сплавов // В сб.: Труды международной научно-технической конференции «Научные идеи С.Г. Кишкина и современное материаловедение». М.: ВИАМ, 2006. С. 200—211.
- 5 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Морозова Г.И. и др. Физико-химические факторы жаропрочности никелевых сплавов, содержащих рений // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С. Т. Кишкина: научно-технический сборник / под ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука. 2006. С. 116—130.
- 6 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Светлов И.Л. Компьютерное конструирование жаропрочного никелевого сплава IV поколения для монокристаллических лопаток газовых турбин // Литейные жаропрочные сплавы. Эффект С.Т. Кишкина: научно-технический сборник / под ред. Е.Н. Каблова. М.: Наука, 2006. С. 98—114.
- 7 Иноземцев А.А., Коряковцев А.С., Кузнецов В.П. и др. Монокристалльные лопатки из сплава ЖС36-ВИ [001] для двигателей нового поколения // В сб. тезисов докладов II Международной научно-технической конференции «Авиадвигатели XXI века», т. 2. М.: ЦИАМ, 2005. С. 228—229.
- 8 Иноземцев А.А., Коряковцев А.С., Лесников В.П. и др. Структура и прочностные свойства суперсплава ЖС36-ВИ для монокристаллических лопаток ТВД // В сб.: Труды международной научно-технической конференции «Научные идеи С.Г. Кишкина и современное материаловедение». М.: ВИАМ, 2006. С. 37—39.
- 9 Кузнецов В.П., Лесников В.П., Иноземцев А.А. и др. Монокристаллический никелевый сплав ЖС36-ВИ: структура, свойства, применение // Газотурбинные технологии, 2006. № 3. С. 22—23.
- 10 Попов Л.Е., Конева Н.А., Терешко Н.В. Деформационное упрочнение упорядоченных сплавов. М.: Металлургия, 1979. 255 с.
- 11 Епишин А.И., Светлов И.Л. и др. Высокотемпературная ползучесть монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов с ориентацией [001] // Материаловедение, 1999. № 5. С. 32—42.

- 12 Голубовский Е.Р., Светлов И.Л. Температурно-временная зависимость анизотропии характеристик длительной прочности монокристаллов никелевых жаропрочных сплавов // Проблемы прочности, 2002. № 2. С. 5–19.
- 13 Каблов Е.Н., Петрушин Н.В., Сидоров В.В. и др. Разработка монокристаллических высокорениевых жаропрочных никелевых сплавов методом компьютерного конструирования // В сб.: Авиационные материалы и технологии. Вып. Высокоременные жаропрочные сплавы, технология и оборудование для производства сплавов и литья монокристаллических турбинных лопаток ГТД. М.: ВИАМ. 2004. С. 22–36.
- 14 Лесников В.П., Кузнецов В.П. Технология получения газоциркуляционных защитных покрытий. // Газотурбинные технологии, 2000, №3. С.26-30
- 15 Ценев В.А., Лесников В.П., Кузнецов В.П. Установка и метод циркуляционного нанесения защитных покрытий на лопатки ГТД. // Авиационная промышленность, 1986, №10. С.15-18.
- 16 С.А.Мубояджян, В.П.Лесников, В.П.Кузнецов Комплексные защитные покрытия турбинных лопаток авиационных ГТД. Екатеринбург: Изд-во «Квист», 2008, 208 с.
- 17 Гарибов Г.С. Проблемы развития высокотемпературной газостатической обработки в России // Технология легких сплавов, 2005. № 1—4. С. 59—70.
- 18 Иноземцев А.А., Коряковцев А.С., Лесников В.П., Кузнецов В.П. Горячее изостатическое прессование монокристаллических рабочих лопаток ТВД из сплава ЖС36-ВИ [001] // В сб.: Труды международной научно-технической конференции «Научные идеи СТ. Кишкина и современное материаловедение», М.: ВИАМ, 2006. С. 299—301.
- 19 Кузнецов В.П., Лесников В.П., Мороз Е.В. и др. Высокотемпературная газостатическая обработка монокристаллических рабочих лопаток ТВД // Газотурбинные технологии, 2006. № 8 (51). С. 30—32.
- 20 Лесников В.П., Кузнецов В.П., Коряковцев А.С. Особенности проведения ГИП деталей с узкими внутренними каналами // В кн.: Тезисы докладов Международной конференции «НП-02». М.: изд. ФГУП «ВИЛС». 2002. С. 22—23.
- 21 Будиновский С.А., Каблов Е.Н., Мубояджян С.А. и др. Вакуумная плазменная технология высоких энергий – эффективный путь создания новых покрытий и материалов // В сб. : Авиационные материалы на рубеже XX-XXI веков. М.:ВИАМ, 1994, С.314-325.
- 22 Абраимов Н.В., Коломыцев П.Т. и др. Перспективы применения покрытий для защиты никелевых сплавов от высокотемпературного окисления. // В кн.: Получение и применение защитных покрытий. Л.:Наука, 1987, с.168-171.
- 23 Будиновский С.А., Мубояджян С.А. и др. Исследование жаростойких покрытий системы Ni(Co)CrAlY, получаемых в вакуумно-плазменной установке МАП-1.// В сб.: Вопросы авиационной науки и техники. Серия «Авиационные материалы», 1990, №3. С.59-

63.

24 Будиновский С.А., Мубояджан С.А. и др. Исследование жаростойких покрытий для защиты сплава ЖС26-ВПК при 1100-1200°C// В сб.: Вопросы авиационной науки и техники. Серия «Авиационные материалы», 1989, №4. С.73-80.

25 Мубояджан С.А., Будиновский С.А. Вакуумно-плазменный технологический процесс получения защитных покрытий. Вестник НОУ-ХАУ, 1993, №2 (1). С.86-89.

26 Быстрозакаленные металлические сплавы. // Под ред. С. Штиба и Г. Варлимонта. М.: Металлургия. 1989. – 373 с.

27 Пушин В.Г., Волкова С.Б., Матвеева Н.М., Структурные и фазовые превращения в квазибинарных сплавах системы TiNi-TiCu, быстрозакаленных из расплава. I.//ФММ. 1997. Т.83,№3. С.68-77.

28 Пушин В.Г., Волкова С.Б., Матвеева Н.М., Структурные и фазовые превращения в квазибинарных сплавах системы TiNi-TiCu, быстрозакаленных из расплава. II.//ФММ. 1997. Т.83,№3. С.78-85.

29 Пушин В.Г., Волкова С.Б., Матвеева Н.М., Структурные и фазовые превращения в квазибинарных сплавах системы TiNi-TiCu, быстрозакаленных из расплава. III.//ФММ. 1997. Т.83,№4. С.155-166.

30 Пушин В.Г., Волкова С.Б., Матвеева Н.М. и др. // ФММ. 1997. Т.83, №6. С.150-157.

31 Пушин В.Г., Волкова С.Б., Матвеева Н.М. и др. // ФММ. 1997. Т.83, №6. С.158-163.

32 Пушин В.Г., Волкова С.Б., Матвеева Н.М. и др. Структурные и фазовые превращения в квазибинарных сплавах системы TiNi-TiCu, быстрозакаленных из расплава. VI.//ФММ. 1997. Т.84,№4. С.172-181.

33 Матвеева Н.М., Пушин В.Г., Шеляков А.В. и др. Влияние условий кристаллизации аморфных сплавов системы TiNi-TiCu на структуру и эффект памяти формы.//ФММ. 1997. Т.83, №6. С.82-92.

34 Коуров Н.И., Пушин В.Г., Королев А.В., Попов В.В., Кунцевич Т.Э. // ФММ. 1999. Т.87, №4. С. 35-42.

35 Pushin V.G., Kourov N.I., Kuntsevich T.E., Kuranova N.N., Matveeva N.M. and Yurchenko L.I. // Phys. Met. Metallogr. 2002. V.94. Suppl.1.P.S107-S118.

36 Пушин В.Г., Попов В.В., Кунцевич Т.Э., Коуров Н.И., Королев А.В. Быстрозакаленные сплавы TiNiCo с памятью формы. I. Особенности мартенситных превращений и механические свойства. // ФММ, 2001, Т.91, №4, с.54-62.

37 Пушин В.Г., Попов В.В., Кунцевич Т.Э., Матвеева Н.М. Быстрозакаленные сплавы TiNiCo с памятью формы. II. Микроструктура. / ФММ, 2001, Т.91, №5, с.60-67.

- 38 Пушин В.Г., Коуров Н.И., Кунцевич Т.Э. и др. Структура и свойства быстрозакаленных сплавов TiNiFe с памятью формы. I. Микроструктура и фазовый состав исходного аустенита. // ФММ, 2001, Т.92, №1, С. 63-67.
- 39 Пушин В.Г., Коуров Н.И., Кунцевич Т.Э. и др. Структура и свойства быстрозакаленных сплавов TiNiFe с памятью формы. II. Мартенситные превращения и свойства сплавов. // ФММ, 2001, Т.92, №1, С. 68-74.
- 40 Duffy K.P., Padula S.A. II. Scheiman D.A., Damping of High-temperature Shape Memory Alloys, SPIE Smart Materials and Structures Conference, San Diego, CA, USA. 9-13 Mar. 2008.
- 41 Валиев Р.З., Александров И.В. Объемные наноструктурные металлические материалы: получение, структура и свойства. М.: ИКЦ «Академкнига», 2007. 398 с.
- 42 Valiev R.Z., Korznikov A.V., Muljukov R.R. // Mat. Sci. Engineer. 1993. V.A168. P.141-148.
- 43 Колобов Ю.Р., Валиев Р.З., Грабовецкая Г.П. и др. Зернограничная диффузия и свойства наноструктурных материалов. // Новосибирск: Наука. 2001. – 232 с.
- 44 Сплавы никелида титана с памятью формы. Ч.1 Структура, фазовые превращения и свойства / Под науч. ред. проф. В.Г.Пушина. Екатеринбург: УрО РАН, 2006, 440 с.
- 45 Ильин А.А. Механизм и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах. М.: Наука, 1994, 304 с.
- 46 Гриднев В. М., Ивасишин О. М., Ошкадеров С. П. Физические основы скоростного термоупрочнения титановых сплавов. Киев: Наукова думка, 1986. 240 с.
- 47 Моисеев В.Н. Мартенситные превращения при деформации в титановых сплавах с метастабильной β -фазой /В.Н. Моисеев // МиТОМ. 1972. №5. с. 18...23.
- 48 Колачев Б.А., Елагин В.И., Ливанов В.А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. Учебник для вузов. 3-е изд., перераб. и доп. М.: МИСИС, 1999. 416 с.
- 49 Попова Л.Е., Попов А.А. Диаграммы превращения аустенита и бета-раствора в сплавах титана: Справочник - термиста. М.: Металлургия, 1991, 503 с.
- 50 Аношкин Н.Ф., Сигалов Ю.М. Титановые сплавы с повышенной жаропрочностью. – ТЛС, 2002, № 1. С. 38-50.
- 51 Дроздова Н.А., Попов А.А., Трубочкин А.В., Елкина О.А. Изучение совместного влияния алюминидов и силицидов в двухфазном сплаве титана. ФММ, 1999, № 5. С.58-63.
- 52 Металлография титановых сплавов / Под ред. С.Г.Глазунова, Б.А.Колачева. – М.: Металлургия, 1980. – 464 с.
- 53 Попов А.А. Структура и свойства титановых сплавов. Ч.1 Процессы формирования структуры. Екатеринбург. УГТУ-УПИ, 2008, 138 с.
- 54 V. Raghavan Al-Nb-Ti (Aluminum-Niobium-Titanium) Journal of Phase Equilibria and Diffusion Vol. 31 No. 1 2010. P. 47-52

- 55 Кузнецов В.П., Лесников В.П., Конакова И.П. Структура и свойства жаропрочного никелевого сплава ЖС-32ВИ. Справочник. Екатеринбург: Изд-во «Квист», 2010, 84 с.
- 56 Патент РФ №2164180, МПК В21В3/00, С22F1/18.
- 57 Патент РФ2245760, МПК В 22 F 3/24, С 21 D 7/02, С22 F 1/18.
- 58 Мальцев М.В. Фазовые превращения в титановом сплаве ВТ16 при деформации. ФММ, 1990, с. 97-103.
- 59 Мальцев М. В. Влияние вида деформации на распад метастабильной β -фазы в сплаве ВТ16. Физика металлов и металловедение. 1976, с 1225 – 1231.
- 60 Елкина О.А., Иванов М.Б., Макаров В.В. и др. О создании наноструктурных состояний в метастабильных сплавах типа ВТ16. В трудах III всероссийской конференции по наноматериалам «НАНО-2009», 2009, с. 433-434.
- 61 Панин П.В., Дзунович Д.А., Гвоздева О.Н. Влияние холодной пластической деформации на текстурообразование в листовых полуфабрикатах из титанового сплава ВТ16 // Изв. Вузов. Черная металлургия. М.: МИСиС. 2005, №1, с. 81
- 62 Попов А.А., Илларионов А.Г, Демаков С.Л. и др. Влияние параметров термообработки на структурные и фазовые превращения в $(\alpha+\beta)$ -титановом сплаве, подвергнутом термомеханическому воздействию. ФММ, 2009, вып. 6, с. 1-7.

Перечень результатов интеллектуальной деятельности, полученных в ходе выполнения НИР

В настоящем исследовании результаты интеллектуальной деятельности, имеющие правовую охрану, не были запланированы, но патентный поиск, отраженный в двух отчетах по патентным исследованиям, проведенный на 2-м и 4-м этапе показал, что в настоящий момент наименьшее число патентов зафиксировано по жаропрочным и жаростойким покрытиям, а также способам получения тонкомерных полуфабрикатов из интерметаллидных титановых сплавов и методам их диффузионного связывания, что открывает широкие возможности для последующего патентования разработок по данному направлению. Кроме того, выявлено сравнительно небольшое число патентов по жаропрочным псевдо- α -сплавам титана, что также говорит о высокой патентоспособности указанных выше объектов исследования.

Результатами интеллектуальной деятельности без правовой охраны можно считать разработанные в проекте рекомендации по использованию результатов НИР в части:

- системы нанесения жаростойких градиентных защитных покрытий на монокристалльные лопатки с проникающим (транспирационным) охлаждением для новейших двигателей 5-го поколения;
- режимов НТМО сплава ВТ16, обеспечивающего получение высокопрочного состояния;
- режима термической обработки полуфабрикатов из сплава ВТ18У с глобулярной структурой, обеспечивающего повышенные характеристики длительной прочности вплоть до 600°C.

Метрологическая проработка исследовательских методик

При определении физико-механических свойств в данном проекте использовали следующие современные средства измерений:

1. Прибор синхронного термического анализа STA 449C Jupiter – термоанализатор синхронный мод. STA 449C фирмы «NETZSCH – Geratebau GmbH» (Германия), зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 24834-03, используется для проведения дифференциальной сканирующей калориметрии и термогравиметрии в интервале температур от комнатной до 1650°C. Предел допускаемой основной относительной погрешности измерения температуры $\pm 1,5$ %; предел допускаемой основной относительной погрешности измерения энтальпии $\pm 3,0$ %.

2. Прибор динамического механического анализа DMA 242C – термоанализатор динамическо-механический мод. DMA 242 фирмы «NETZSCH – Geratebau GmbH» (Германия), зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений под № 28162-04, используется для определения упругих свойств материала, характеристик внутреннего трения в интервале температур от -170 до 600°C. Предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения линейных размеров $\pm(0,3+3L)$ мкм, где L – числовое значение длины в метрах; предел допускаемой основной абсолютной погрешности измерения температуры $\pm 1,0$ °C.

3. Испытательная машина Instron 3382 – система для измерения параметров испытаний 3300 мод. 3382 фирмы «Instron – division of ITW Limited» (США), зарегистрирована в Государственном реестре средств измерений под № 43601-10, используется для определения механических свойств при испытаниях на растяжение, изгиб, сжатие в интервале температур от комнатной до 1000°C. Предел допускаемой относительной погрешности измерения нагрузки $\pm 0,5$ %; предел допускаемой погрешности датчика перемещения $\pm 0,02$ мм.

Эксплуатация и периодическая метрологическая проработка правильности показаний вышеприведенных приборов проводится согласно соответствующим инструкциям с использованием стандартных образцов и соответствующих калибровок.

Для температурной калибровки прибора STA 449C Jupiter и возможности проведения измерений энтальпии необходимо произвести несколько измерений на различных эталонных веществах. При измерениях используются вещества из набора стандартных образцов предприятия: СОП 8-КТиФМ-2009, СОП 9-КТиФМ-2009, СОП 10-КТиФМ-2009, СОП 11-КТиФМ-2009, СОП 12-КТиФМ-2009, СОП 13-КТиФМ-2009, СОП 14-КТиФМ-2009, СОП 15-

КТiФМ-2009 (сертификат соответствия № РОСС DE.МУ 01.0072, действителен до 01.12.2014 г.). Нормативная документация по калибровке – МК 11-221-2009 Методика калибровки «Термоанализатор STA 449C». Пример кривой, зарегистрированной при нагреве стандартного образца, представлен на рисунке П1.

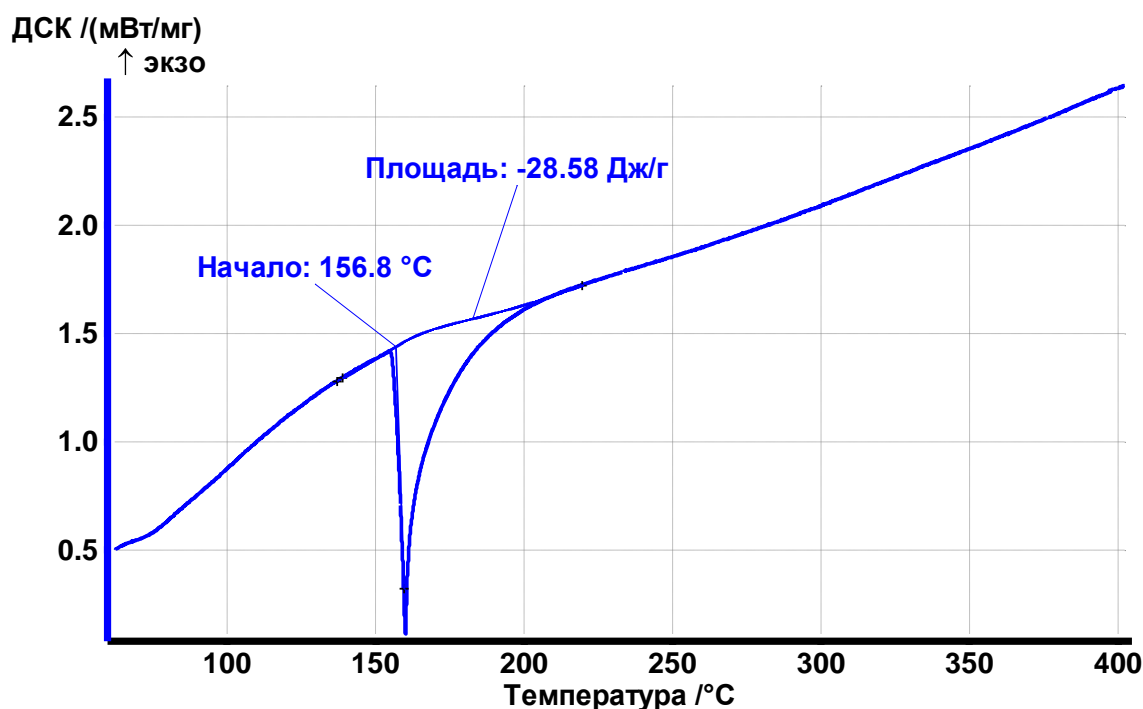


Рисунок П.1. Кривая нагрева СОП 8-КТiФМ-2009 (аттестованная температура плавления 156,6 °С, энтальпия – 28,6 Дж/г)

Рассчитанная из полученных по рисунку П.1 относительная точность измерения температуры и энтальпии (0,13% и 0,07%) прибором STA 449C Jupiter не превышает допустимых относительных погрешностей $\pm 1,5\%$ и $\pm 3\%$ соответственно.

Для калибровки и настройки прибора DMA 242C необходимо произвести несколько специфических измерений (4...5 шт.), результаты которых используются для корректировки показаний прибора при дальнейших измерениях. При температурной калибровке прибора используются вещества из набора стандартных образцов предприятия: СОП 5-КТiФМ-2009, СОП 6-КТiФМ-2009, СОП 7-КТiФМ-2009 (сертификат соответствия РОСС DE.МУ01.0074, действителен до 01.12.2014 г.). Нормативная документация по калибровке – МК 10-221-2009 Методика калибровки «Термоанализатор динамическо-механический DMA 242». Пример кривой, зарегистрированной при нагреве стандартного образца, представлен на рисунке П.2.

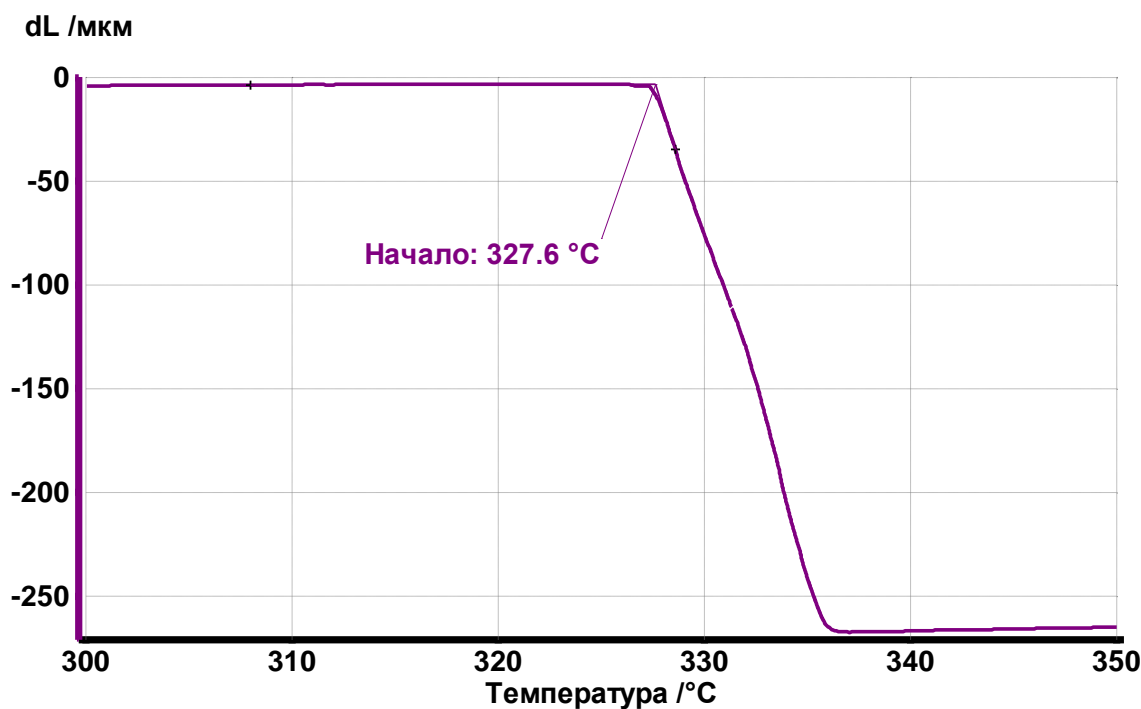


Рисунок П.2. Кривая нагрева СОП 7-КТиФМ-2009 (аттестованная температура плавления 327,5 °C)

Как видно из рисунка, абсолютная погрешность в измерении температуры на используемом приборе DMA242C составляет + 0,1°C, что на порядок выше основной допустимой абсолютной погрешности ($\pm 1,0$ °C)

При эксплуатации испытательной машины Instron 3382 используются заводские настройки датчиков, которые обеспечивают проведение измерений в пределах заявленных погрешностей.

Заключение

Используемые в проекте приборы для определения физико-механических свойств имеют точность измерения количественных параметров не хуже 3-5%, заявленных в государственном контракте.

СПРАВКА

о выполнении основных индикативных и программных показателей по
государственному контракту №02.740.11.0160

за 1-й - 4-й этапы

И.1.1.1. Количество кандидатов наук – исполнителей НИР, представивших докторские диссертации в диссертационный совет

План на 2009 – 2011 гг. – 2 чел.

Выполнение – 2 чел.

- Швейкин Владимир Павлович - диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук на тему: «Научные основы и технологические способы обработки гетерофазных сплавов с высоким уровнем конструктивной прочности» Екатеринбург, 2009 г. Защищена 20 ноября 2009 года на диссертационном совете Д 212.285.04 в ГОУ ВПО «УГТУ-УПИ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», научный консультант Попов А.А., утверждена ВАК в 2010 году

- Лобанов Михаил Львович - диссертация на соискание ученой степени доктора технических наук по специальности 05.16.01. – Металловедение и термическая обработка металлов, Екатеринбург. Защищена на диссертационном совете Д 212.285.04 в ГОУ ВПО «УГТУ-УПИ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», научный консультант Попов А.А., утверждена ВАК в конце 2010 года

И 1.1.2. Количество аспирантов – исполнителей НИР, представивших кандидатские диссертации в диссертационный совет

План на 2009 – 2011 гг – 5 чел. (2009 – 1 чел. , 2010 – 2 чел.)

Выполнение – 5 чел.

2009 – 1 чел.

- Юровских Артем Сергеевич - диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук на тему: «Применение азотированных порошков на основе железа для получения функциональных материалов и порошковых сталей» Екатеринбург, 2009 г. Защищена 13 ноября 2009 года на диссертационном совете Д 212.285.04 в ГОУ ВПО «УГТУ-УПИ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», научный руководитель Попов А.А.

2010- 3 чел.:

- Водолазский Федор Валерьевич- диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук на тему: «Формирование структуры, текстуры и свойств при прокатке высоколегированных титановых сплавов на основе β -фазы и интерметаллида Ti_2AlNb » Екатеринбург, 2010 г. Защищена 10 декабря 2010 года на диссертационном совете Д

212.285.04 в ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», научный руководитель Демаков С.Л.

- Нарыгина Ирина Вячеславовна - диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук на тему: «Структурные и фазовые превращения в $(\alpha+\beta)$ -титановых сплавах переходного класса при термическом и деформационном воздействии» Екатеринбург, 2010 г. Защищена 24 декабря 2010 года на диссертационном совете Д 212.285.04 в ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», научный руководитель Илларионов А.Г.

- Степанов Степан Игоревич - диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук на тему: «Влияние термической и термомеханической обработки на фазовый состав, структуру и механические свойства полуфабрикатов из титанового сплава ВТ16» Екатеринбург, 2010 г. Защищена 24 декабря 2010 года на диссертационном совете Д 212.285.04 в ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», научный руководитель Попов А.А.

2011 г – 1 чел.

- Каган Игорь Владимирович - диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук представлена в диссертационный совет Д 212.285.04 в ФГАОУ ВПО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н.Ельцина», планируемый срок защиты – декабрь 2011 г

И1.1.3. Количество студентов, аспирантов, докторантов и молодых исследователей, закрепленных в сфере науки, образования и высоких технологий (зачисленных в аспирантуру или принятых на работу в учреждения высшего профессионального образования, научные организации, предприятия оборонно-промышленного комплекса, энергетической, авиационно-космической, атомной отраслей и иных приоритетных для Российской Федерации отраслей промышленности) в период выполнения НИР:

План на 2009-2011 гг – 20 человек

Выполнение - 22 человека:

1. Гадеев Д.В. - выпускник 2009 года принят в очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов (приказ № 645/05 от 25.06.2009);
2. Жилияков А.Ю. – магистрант принят на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 1923/04 §8 от 25 ноября 2009 года), поступил в 2011 году в очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов;
3. Иванова М.А. – магистрантка принята на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 1923/04 §4 от 25 ноября 2009 года) в рамках выполнения

госконтракта, поступила в 2011 году в очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов;

4. Белослудцева Е. С. – студентка была принята на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта, закончила работу по госконтракту в связи с окончанием университета, поступила на работу в Институт физики металлов УрО РАН;

5. Попов Н.А. – магистрант принят на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 1931/04 §14 от 27 ноября 2009 года) в рамках выполнения госконтракта, поступил в 2010 году очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов

6. Попова М.А. – магистрантка принята на работу лаборантом – исследователем по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 1743/04 §1 от 26 октября 2009 года) в рамках выполнения госконтракта, поступила в 2010 году в очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов;

7. Сытьков М.А. – магистрант принят на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 1923/04 §6 от 25 ноября 2009 года) в рамках выполнения госконтракта;

8. Буслаева Ю.Е. – студентка принята на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 1923/04 §2 от 25 ноября 2009 года), закончила работу по гранту в связи с окончанием университета;

9. Соловьев Александр Валерьевич – студент, был принят на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта (приказ № 1923/04 §2 от 25 ноября 2009 года);

10. Пушин А.В. – студент принят на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 1923/04 §1 от 25 ноября 2009 года) в рамках выполнения госконтракта, после окончания университета в 2011 году поступил в очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов;

11. Кузьмин А.А. - студент принят на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта;

12. Минак А.А. – студентка, принята на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта, закончила работу по гранту на 2-м этапе в связи с окончанием университета.

13. Ключева С.Ю. – магистрантка, принята на работу лаборантом по кафедре термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта, закончила работу по гранту на 2-м этапе в связи с окончанием университета, с 2010 года работает в ИФМ УрО РАН.
14. Колосова Е.В. – выпускница магистратуры 2011 года поступила в очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов;
15. Каган И.В. – аспирант, принят на работу младшим научным сотрудником по кафедре термообработки и физики металлов (приказ № 808/04 от 19 мая 2010 года §5);
16. Гриб С.В. – устроена на работу научным сотрудником на кафедру термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта;
17. Карабаналов М.С. - устроен на работу научным сотрудником на кафедру термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта;
18. Водолазский Ф.В. – в 2010 году принят на полную ставку старшего преподавателя на кафедру термообработки и физики металлов;
19. Степанов С.И. – после защиты диссертации в 2010 году принят в 2011 году на полную ставку младшего научного сотрудника в лабораторию ЦКП УрФУ;
20. Нарыгина И.В. – после защиты диссертации в 2010 году, работает инженером (полная ставка) по кафедре термообработки и физики металлов;
21. Мусихин С.А. – выпускник университета, поступил в 2011 году в очную аспирантуру на кафедру термообработки и физики металлов по специальности 05.16.01 – Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов;
22. Комоликова Е.М. – была устроена на работу научным сотрудником на кафедру термообработки и физики металлов в рамках выполнения госконтракта.

И 1.1.4.: Количество исследователей – исполнителей НИР, результаты работы которых в рамках НИР опубликованы в высокорейтинговых российских и зарубежных журналах

План на 2009-2011 гг – 23 человека

Выполнение – 23 человека:

1. Беликов С.В. – доцент
2. Водолазский Ф.В. – старший преподаватель
3. Гриб С.В. – доцент
4. Гадеев Д.В. – лаборант - исследователь
5. Демаков С.Л. - доцент
6. Елкина О.А. – инженер
7. Илларионов А.Г. - доцент
8. Карабаналов М.С. – доцент

9. Колосова Е.В. - инженер
10. Кузнецов В.П. – г.н.с.
11. Лесников В.П. – г.н.с.
12. Майсурадзе М.В. - доцент
13. Нарыгина И.В. - инженер
14. Оленева О.А. – доцент
15. Попов А.А. – профессор
16. Попова М.А. – лаборант – исследователь
17. Попов Н.А. - лаборант
18. Рыжков М.С. – доцент
19. Степанов С.И. - инженер
20. Хаджиева О.Г. –старший преподаватель
21. Эйсмонтт Ю.Г. - доцент
22. Юдин Ю.В. - профессор
23. Юровских А.С. – доцент

в 2009-2011 году опубликованы следующие статьи:

1. Лесников В.П., Кузнецов В.П. Защитные покрытия, упрочненные наночастицами, для турбинных лопаток ГТД 5-го поколения // Содружество, 2009, №15 (246), с. 11;
2. Илларионов А.Г., Демаков С.Л., Попов А.А., Медведева И.В., Карабаналов М.С., Елкина О.А. Структурные и фазовые превращения в ($\square\square\square$) – титановом сплаве переходного класса Ti-10V-2Fe-3Al при упрочняющей термической обработке.// Титан, №3, 2009, с. 27-33;
3. Юровских А.С., Попов А.А. и др. Исследование структуры и фазового состава порошкового материала системы Fe-Cr-N, спеченного в различных газовых атмосферах// Технология металлов, 2009, №9, с.30-38;
4. Попов А.А., Беликов С.В. и др. Выделение сигма – фазы в высоколегированных хромоникельмолибденовых сплавах//ФММ. 2009.Т. 108, вып.6, с.1-8;
5. Гадеев Д.В., Илларионов А.Г., Попов А.А., Рыжков М.А., Колосова Е.В., Попова М.А. и др. Использование метода термического анализа для определения температуры полного полиморфного превращения двухфазного титанового сплава. //Титан, 2010, №1, с.24-30.
6. Илларионов А.Г., Гриб С.В., Попов А.А., Демаков С.Л., Карабаналов М.С., Хаджиева О.Г., Елкина О.А. Влияние водорода на формирование структуры и фазового состава в сплаве на основе Ti₂AlNb//ФММ, 2010, том 109, №2. с. 154-164.
7. Попов А.А., Илларионов А.Г., Демаков С.Л., Степанов С.И., Карабаналов М.С., Елкина О.А. Влияние параметров термообработки на структурные и фазовые превращения в ($\alpha+\beta$)– титановом сплаве, подвергнутом термомеханическому воздействию.//ФММ, 2010, том 109 №6., с.694-700.

8. Илларионов А.Г., Нарыгина И.В., Карабаналов М.С., Демаков С.Л., Попов А.А, Елкина О.А. Структурные и фазовые превращения в титановом сплаве переходного класса при деформационном воздействии.// ФММ, 2010, том 110, вып.3, с. 295-304
9. Попов А.А., Илларионов А.Г., Оленева О.А. Влияние термической обработки на структуру и свойства сварных соединений из высоколегированного титанового сплава// МИТОМ, 2010, №10, с.23-27.
10. Демаков С.Л., Водолазский Ф.В., Водолазский В.Ф., Попов А.А. Текстурное торможение рекристаллизации в титановом сплаве ТС6// МИТОМ, 2010, №10, с.32-38
11. Майсурадзе М.В., Эйсмонтт Ю.Г., Юдин Ю.В. Определение оптимальных конструктивных параметров водокапельных охлаждающих устройств. // МИТОМ, 2010, №10, с.54-59.
12. Кузнецов В.П., Лесников В.П., Конакова И.П., Попов Н.А. Структура, фазовый состав и прочностные свойства монокристаллического никелевого сплава, содержащего тантал и рений.//МИТОМ, 2010, №10, с.45-49.

П.1.1.1. Количество докторов наук – исполнителей НИР, работающих в научной или образовательной организации на полную ставку, принявших участие в работах в течение всего срока реализации НИР

План 2009-2011 гг – 3 чел.

Выполнение: 2011 г - 3 чел.

1. Попов А.А. - д.т.н., профессор (2009-2011 гг);
2. Фарбер В.М. - д.т.н., профессор (2009-2011 гг);
3. Юдин Ю.В. – д.т.н., профессор (2010-2011 г.).

П.1.1.2. Количество молодых кандидатов наук – исполнителей НИР, работающих в научной или образовательной организации на полную ставку, принявших участие в работах в течение всего срока реализации НИР (как правило, соискателей ученой степени доктора наук)

План 2009-2011 гг – 3 чел.

Выполнение в 2011 году - 10 чел.:

1. Степанов С.И. – младший научный сотрудник, к.т.н.
2. Гриб С.В. – доцент, к.т.н.;
3. Карабаналов М.С. – доцент, к.т.н.;
4. Алексеева Т.А. – доцент, к.х.н.;
5. Рыжков М.А. – доцент, к.т.н. ;
6. Майсурадзе М.В. – доцент, к.т.н.;
7. Юровских М.С. – доцент, к.т.н.;
8. Корниенко О.Ю. – доцент, к.т.н.

9. Водолазский Ф.В. – старший преподаватель, к.т.н.

10. Нарыгина И.В. – инженер, к.т.н.

П.1.1.3. Количество аспирантов, принявших участие в работах в течение всего срока реализации НИР

План 2009-2011 гг – 5 чел.

Выполнение – 14 чел.:

1. Водолазский Ф.В. - защитился 24 декабря 2010 г
2. Гадеев Д.В. – поступил в аспирантуру в 2009 году
3. Жиляков А.Ю. – поступил в аспирантуру в 2011 году
4. Иванова М.А. – поступила в аспирантуру в 2011 году
5. Каган И.В. - диссертация представлена в диссертационный совет
6. Колосова И.В. – поступила в аспирантуру в 2011 году
7. Мусихин С.А. – поступил в аспирантуру в 2011 году
8. Нарыгина И.В. - защитилась 10 декабря 2010 г
9. Попова М.А. – поступила в аспирантуру в 2010 году
10. Попов Н.А. – поступил в аспирантуру в 2010 году
11. Пушин А.В. – поступил в аспирантуру в 2011 году
12. Сергеева К.Ю.– поступила в аспирантуру в 2009 году
13. Степанов С.И. - защитился 24 декабря 2010 г
14. Хаджиева О.Г. – поступила в аспирантуру в 2008 году

П.1.1.4. Количество студентов, принявших участие в работах в течение всего срока реализации НИР

План 2009-2011 гг – 10 чел.

Выполнение 2009-2011 г.– 13 чел.:

1. Буслаева Ю.Е. - студентка, закончила работу по гранту в 2011 году в связи с окончанием университета;
2. Жиляков А.Ю. – магистрант, после защиты магистерской диссертации в 2011 году поступил в аспирантуру;
3. Иванова М.А. – магистрантка, после защиты магистерской диссертации в 2011 году поступила в аспирантуру;
4. Белослудцева Е.С. – студентка, закончила работу по гранту в 2011 году в связи с окончанием университета.
5. Колосова Е.В. – магистрантка, после защиты магистерской диссертации в 2011 году поступила в аспирантуру,

6. Минак А.А. – студентка, закончила работу по гранту на 2-м этапе в связи с окончанием университета.
7. Попова М.А. – магистрантка, после защиты магистерской диссертации в 2010 году поступила в аспирантуру;
8. Попов Н.А. – магистрант, после защиты магистерской диссертации в 2010 году поступил в аспирантуру;
9. Пушин А.В. – студент, после защиты диплома в 2011 году поступил в аспирантуру;
10. Сытьков М.А. – магистрант, защитил диссертацию в 2011 году
11. Соловьев А.В. – бакалавр, после окончания бакалавриата поступил в магистратуру;
12. Кузьмин А.А. – бакалавр;
13. Ключева С.Ю. – магистрантка, закончила работу по гранту на 2-м этапе в связи с окончанием университета.

П.1.1.5. Доля привлеченных на реализацию НИР внебюджетных средств от объема средств федерального бюджета

План 2009-2011 гг – 27,5%.

Выполнение (в соответствии с представленными отчетами о затратах внебюджетных средств, фактически произведенных при выполнении государственного контракта):

2009 г. – 34,5% (внебюджетные средства за 1-й этап - 1 млн. рублей, бюджетные – 2,9 млн. руб);

2009-2010 г. – 36,2% (внебюджетные средства за 2010 г – 1,05 млн. рублей, бюджетные – 2,9 млн. рублей);

2011 г. - 76,7% (внебюджетные средства за 2011 г – 2,225 млн. рублей; бюджетные – 2,9 млн. руб).

П.1.1.5. Доля фонда оплаты труда молодых участников НИР (молодых кандидатов наук, аспирантов и студентов) в общем объеме фонда оплаты труда по НИР

План 2009-2011 гг – 50%

Выполнение:

2009 г. – 52,9%

2010 г. – 52,9%

2011 г. - 50,%. .

Руководитель госконтракта,
проректор по науке, профессор, д.т.н.

Попов А.А.